

A12

PCT
WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales Büro
INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)



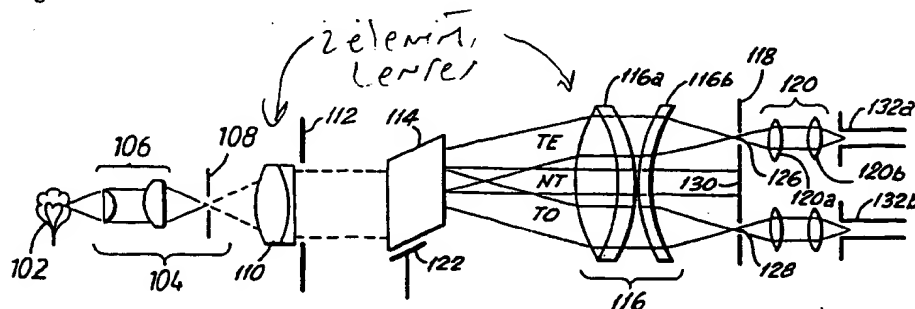
(51) Internationale Patentklassifikation 5 : G01J 3/12, 3/42, G02F 1/11 G01N 21/05, G01J 3/02	A2	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 91/14157 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 19. September 1991 (19.09.91)
---	----	---

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP91/00413 (22) Internationales Anmeldedatum: 5. März 1991 (05.03.91) (30) Prioritätsdaten: 488,687 5. März 1990 (05.03.90) US (71) Anmelder: BRAN + LUEBBE GMBH [DE/DE]; Werk- straße 4, D-2000 Norderstedt (DE).	(74) Anwälte: MEYER, Ludgerus, A. usw. ; Jungfernstieg 38, D-2000 Hamburg 36 (DE). (81) Bestimmungsstaaten: AT (europäisches Patent), BE (euro- päisches Patent), CA, CH (europäisches Patent), DE (europäisches Patent), DK (europäisches Patent), ES (europäisches Patent), FR (europäisches Patent), GB (europäisches Patent), GR (europäisches Patent), IT (eu- ropäisches Patent), JP, LU (europäisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäisches Patent).
---	---

(72) Erfinder: KEMENY, Gabor, J. ; B8 Kissam Road, Peek- skill, NY 10566 (US). SORYN, Carl, G. ; Woodland Ro- ad RR 3, Pound Ridge, NY 10576 (US). MARK, Ho- ward ; 21 Terrace Avenue, Suffern, NY 10901 (US). RACHLIS, Robert, E. ; 115 Douglas Road, Chappagua, NY 10514 (US). EVANS, James ; 65 Glenbrook Road, Appartment 3E, Stamford, CT 06902 (US). ASHRAF, Aamir ; 149-27 35 Avenue, Flushing, NY 11354 (US).	Veröffentlicht Ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu ver- öffentlichen nach Erhalt des Berichts.
--	---

(54) Title: ACOUSTO-OPTIC TUNABLE DOUBLE-BEAM SPECTROMETER

(54) Bezeichnung: EIN AKUSTO-OPTISCHES ABSTIMMBARES ZWEISTRAHL-SPEKTROMETER



(57) Abstract

An acousto-optically tunable double-beam spectrometer comprises a radiation source (102), an acousto-optically tunable filter (114) and a drive device for the filter having a predetermined frequency. The filter is double refractive and splits incident radiation into first (TE) and second (TO) radiations of different directions and of a given frequency and a radiation (NT) of a different frequency. The spectrometer also comprises devices for concentrating the first radiation in order to analyse a sample and devices for concentrating the second radiation, which is used as a reference.

(57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein akusto-optisch abstimmbares Zweistrahl-Spektrometer bestehend aus einer Strahlungsquelle (102), einem akusto-optisch abstimmbaren Filter (114), einer Ansteuerung für das akusto-optische Filter mit einer vorgewählten Frequenz, wobei das Filter doppelbrechend ausgebildet ist und einfallende Strahlung in eine erste (TE) und eine zweite Strahlung (TO) von unterschiedlicher Richtung bestimmter Frequenz sowie in eine außerhalb der Frequenz liegenden Strahlung (NT) aufgeteilt wird, und Vorrichtungen zur Sammlung der ersten Strahlung vorgesehen sind, um eine Probe zu analysieren, sowie Vorrichtungen zur Sammlung der zweiten Strahlung, um sie als Referenz zu benutzen.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich	ES	Spanien	ML	Mali
AU	Australien	FI	Finnland	MN	Mongolei
BB	Barbados	FR	Frankreich	MR	Mauritanien
BE	Belgien	GA	Gabon	MW	Malawi
BF	Burkina Faso	GB	Vereinigtes Königreich	NL	Niederlande
BG	Bulgarien	GN	Guinea	NO	Norwegen
BJ	Benin	GR	Griechenland	PL	Polen
BR	Brasilien	HU	Ungarn	RO	Rumänien
CA	Kanada	IT	Italien	SD	Sudan
CF	Zentrale Afrikanische Republik	JP	Japan	SE	Schweden
CG	Kongo	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SN	Senegal
CH	Schweiz	KR	Republik Korea	SU	Sowjet Union
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	TD	Tschad
CM	Kamerun	LK	Sri Lanka	TG	Togo
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	US	Vereinigte Staaten von Amerika
DE	Deutschland	MC	Monaco		
DK	Dänemark	MG	Madagaskar		

/

EIN AKUSTO-OPTISCHES ABSTIMMBARES
ZWEISTRAHL-SPEKTROMETER

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein akusto-optisches, abstimmbares Analysegerät und, genauer, auf
5 ein akusto-optisches, abstimmbares Spektrometer, das für die Analyse einer Probe auf die Zusammensetzung ihrer Bestandteile eingesetzt wird.

10 Infrarot-Analysevorrichtungen sind eingesetzt worden, um die Konzentrationen von Bestandteilen in Proben festzustellen und basierten auf deren Absorption bei bestimmten Wellenlängen. Zum Beispiel kann die Stärke-, die Eiweiß-, die Lipid- und Faserkonzentration von Körnern, die Oktanzahl von Benzin oder der Ligningehalt von Zellstoff und Papier durch Infrarotanalyse bestimmt
15 werden. Während die meisten Analysesysteme auf den Gebrauch im Labor ausgerichtet sind, ist die Überwachung am Ort und die On-Line-Überwachung von Betriebsabläufen ein wichtiges Anwendungsfeld dieser Technologie. Bei der On-Line-Überwachung bewegen sich
20 die Proben normalerweise und können inhomogen sein. Ihre Zusammensetzung und ihre optischen Eigenschaften können sich plötzlich ändern. Messungen müssen schnell ausgeführt werden, und für eine große Anzahl solcher Messungen könnte eine Ermittlung der Durchschnittswerte
25 erforderlich sein, um Unstetigkeiten bei der Probe oder andere Fehlerquellen zu korrigieren. Zwar mag eine fließende Probe in einer Probenzelle für einen Test lange genug angehalten werden, doch eine derartige Probe mag für die Menge des Produktstromes nicht
30 repräsentativ sein und der Testvorgang mag für die meisten Zwecke der Prozeßregelung zu langsam sein.

ERSATZBLATT

- Üblicherweise tritt Rauschen als ein Problem auf, das die Genauigkeit von Messungen Extinktion beeinträchtigt. Übliche Rauschquellen sind Fluktuationen bei der Emission aus der
- 5 Strahlungsquelle, Hitze, Qualitätsverlust der Systembestandteile, Energieschwankungen und sonstige zufällige Veränderungen, die auf inneren und äußeren Ursachen beruhen. Zur Korrektur von durch Rauschen
-
- beeinflussten Messungen wird neben der Messung einer
- 10 Probe eine Vergleichsgröße gemessen und beide werden verglichen. Wenn die Messungen zeitlich dicht genug hintereinander vorgenommen werden, beeinträchtigt das Rauschen, das die Probenablesung beeinträchtigt hat, auch die Anzeige der Vergleichsgröße und kann
- 15 gestrichen werden.
- Von den zwei Hauptarten an Analysevorrichtungen, der Zweistrahl- und der Einstrahl(-vorrichtung), kann nur die Zweistrahlvorrichtung die Probe und die
- 20 Vergleichsgröße gleichzeitig messen. Sie tut dies, indem sie die einfallende Strahlung zum Beispiel mit einem Spiegel aufspaltet und einen Strahl auf die Probe und den anderen auf die Vergleichsgröße lenkt. Bei einer Einstrahlvorrichtung wird die einfallende
- 25 Strahlung durch einen schnell umschaltenden Spiegel alternativ auf die Probe und die Vergleichsgröße gelenkt. Je schneller das Umschalten erfolgt, desto genauer ist die Korrektur, da die Vergleichsgröße den Signalpegel anzeigen sollte, der mit der Probenmessung verglichen werden soll.
- 30 Aufgrund ihrer besseren Fehlerberichtigung sind Zweistrahlssysteme genauer als Einstrahlssysteme. Sie erfordern aber komplexe optische Systeme und sind daher

teurer. Das Einstrahlssystem ist einfacher und leichter einzusetzen und zu warten, aber weniger genau. Die Genauigkeit des Einstrahlsystems kann verbessert werden, indem die Umschaltgeschwindigkeit des Spiegels

5 erhöht wird, doch dies trägt zu mehr Komplexität und höheren Kosten des Systems bei. Bei dem U.S.-Patent Nr. 4.236.076 von Judge, das Alfa-Laval AB übertragen wurde, wird die Präzision eines Einstrahlsystems

~~verbessert, ohne daß dem System Komplexität hinzugefügt~~

10 wird, nämlich über eine einzigartige Technik der Durchschnittsbildung.

Um die Absorption eines Musters bei einer spezifischen Wellenlänge zu bestimmen, muß die Breitbandstrahlung, die von einer Quelle wie z. B. einer Quarzhalogenlampe

15 emittiert wird, gefiltert werden. Um zwischen den vielen Filtern, die zum Verstellen von Wellenlänge zu Wellenlänge während der Analyse erforderlich sind, umzuschalten, sind verschiedene mechanische Verfahren angewandt worden. Ein Verfahren besteht darin, eine

20 Reihe von Filtern auf einem rotierenden Revolverkopf (rotating turret) oder einem Schaufelrad zu befestigen. Siehe z.B. die U.S.-Patente Nr. 4.236.076 und 4.082.464. Da die sequentielle Wellenlängenänderung durch die Geschwindigkeit der sich verstellenden Filter

25 begrenzt wird, ist die Analyse für die On-Line-Überwachung der Konzentration bei vielen Fertigungs- oder Produktionsprozessen zu langsam.

Infrarot-emittierende Dioden ("IREDs"), die von einem Mikroprozessor gesteuert werden, wurden verwandt, um die

30 Analyse zu beschleunigen. Siehe zum Beispiel U.S.-Patent Nr. 4.401.642. Solche Systeme können jedoch aufgrund der begrenzten Reichweite der IREds (850 -

- 1000 mm) eine Analyse nur über eine begrenzte Bandbreite vornehmen. Eine weitere Möglichkeit besteht im Einsatz von schwingenden holographischen Beugungsgittern. Siehe zum Beispiel U.S.-Patent Nr. 5.540.282. Während die Analysegeschwindigkeit gesteigert wird, ist es schwierig, Fehler zu korrigieren.

-
- Das schnellste Umschalten zwischen Wellenlängen für die Analyse kann durch einen akusto-optischen einstellbaren Filter erreicht werden, der ein Kristall ist, dessen Brechungsindex durch akustische Wellen verändert werden kann. Die Anwendung einer bestimmten Frequenz einer akustischen Welle auf ein doppelbrechendes Kristall verändert die Ausbreitungsrichtung und die Polarisierung eines engen Wellenlängenbandes der einfallenden Strahlung und hat zwei abgestimmte Strahlenbündel zum Ergebnis, die voneinander und von der nicht-abgestimmten Strahlung abweichen. Die abgestimmte Wellenlänge kann isoliert werden und zur Analyse der Probe eingesetzt werden. Das abgestimmte Wellenlängenband kann in Millisekunden, abhängig von der Geschwindigkeit anderer Bestandteile des Systems, geändert werden. Ein üblicherweise verwandtes Kristall ist Tellurdioxid. AOFTs (akusto-optische abstimmbare Filter) werden beschrieben in: Harris et al., "Acousto-Optic Tunable Filter", Journal of the Optical Society of America, Bd. 59, Nr. 6, S. 744-747 (Juni 1969); Chang, "Non-collinear Acousto-Optic Filter With Large Angular Aperture" (Non-kollinearer akusto-optischer Filter mit großer Winkelöffnung), Applied Physics Letters, Bd. 25, Nr. 7, A. 370-372 (10/1977) und in den U.S.-Patenten Nr. 3.679.288; 3.944.334; 3.944.335; 3.953.107; 4.052.121 und 4.342.502, die in

die vorliegende Beschreibung per Verweis aufgenommen wurden.

Im U.S.-Pat nt Nr. 4.883.963 von Kemeny t al., das dem
Besitznachfolger (assignee) der vorliegenden Erfindung
5 übertragen wurde, wird ein doppelbrechender AOTF in
einem On-Line-Überwachungssystem zur raschen Analyse
einer sich bewegenden oder verändernden Probe verwandt.
~~Eine Vielzahl von Abtastmustern wird gezeigt.~~

10 Im U.S.-Patent Nr. 4.602.342 von Gottlieb et al. wird
ein AOTF aus Quecksilberchlorid zur Verwendung in einem
Analysesystem dargestellt, das ein oder zwei
Polarisationsprisma(en) nutzbar macht, um einen
abgestimmten Strahl zu isolieren. Im U.S.-Patent Nr.
4.663.961 von Nelson et al. werden Lichtleitfasern
15 verwendet, um die Strahlung zu einem doppelbrechenden
AOTF hin und von ihm weg zu übertragen. Dieses System
isoliert einen abgestimmten Strahl durch
Polarisationsprismen.

Die Systeme von Gottlieb und Nelson messen zur Bestimmung eines Impulsbodens (baseline) die Reaktion einer leeren Probenzelle. Die Messungen an tatsächlichen Proben werden dann mit der

5 Vergleichsgröße verglichen. Es hat den Anschein, daß nur eine Vergleichsmessung verwendet wird, um alle zukünftigen Probestests zu korrigieren. Da die Vergleichsmessung zeitlich nicht nah bei den

10 Probenmessungen liegt, könnte es sein, daß ein Geräusch und eine Seitenabweichung, die die Messung der Probe beeinträchtigen, nicht berichtigt werden. Schwankungen, die auftreten, nachdem der Vergleichstest durchgeführt wurde, können nicht kompensiert werden.

Die vorliegende Erfindung stellt ein akusto-optisches

15 Spektrometer bereit, das die Unzulänglichkeiten früherer Systeme überwindet. Das Spektrometer der vorliegenden Erfindung isoliert die beiden abweichenden abgestimmten Strahlenbündel, die von einem doppelbrechenden Filter erzeugt werden, voneinander und

20 von der nicht-abgestimmten Strahlung und verwendet einen Strahl, um eine Probe zu analysieren, und den anderen zum Vergleich. Die beiden Messungen werden dann verglichen, um die Messung der Probe im Hinblick auf ein Rauschen zu korrigieren. Aufgrund seiner

25 Geschwindigkeit und seiner Präzision ist das System insbesondere für den Einsatz bei On-Line-Überwachung geeignet.

Ein akusto-optisches abstimmbares Zweistrahl-Spektrometer nach der vorliegenden Erfindung schließt

30 einen doppelbrechenden akusto-optischen abstimmbaren Filter in sich ein. Es sind Mittel vorhanden, um den akusto-optischen Filter auf einer gewünschten Frequenz

- zu betreiben, was einen ersten und einen zweiten Strahl ergibt, die voneinander und von der nicht-abgestimmten Strahlung abweichen. Es sind Mittel vorhanden, um den ersten abgestimmten Strahl zur Verwendung bei der
- 5 Analyse einer Probe aufzufangen, und Mittel, um den zweiten abgestimmten Strahl zur Verwendung als Vergleichsgröße aufzufangen.

-
- ~~Das akusto-optische abstimmbare Spektrometer der~~
vorliegenden Erfindung umfaßt auch eine
- 10 Strahlungsquelle und Mittel zur parallelen Ausrichtung der Strahlung aus der Strahlungsquelle. Die Strahlung fällt auf einen akusto-optischen Filter. Es gibt ein Mittel, den akusto-optischen Filter auf bestimmten Frequenzen zu betreiben, um die gewünschten engen
- 15 Bandbreiten der einfallenden Strahlung einzustellen. Die eingestellten Bandbreiten bilden einen ersten und einen zweiten abgestimmten Strahl, die voneinander und von der Strahlung außerhalb der engen Bandbreite abweichen. Es ist ein Mittel vorhanden, um den ersten
- 20 abgestimmten Strahl auf eine Probe zwecks Analyse zu übertragen. Es wird ein erster Detektor bereitgestellt, um den ersten abgestimmten Strahl nach der Belichtung der Probe zu empfangen, und ein zweiter Detektor wird bereitgestellt, um den zweiten abgestimmten Strahl zur
- 25 Verwendung als Vergleichsgröße zu empfangen. Es ist ein Mittel vorhanden, um den zweiten abgestimmten Strahl auf den zweiten Detektor zu übertragen. Es ist ein Analysemittel vorhanden und ein Mittel, um die Informationen vom ersten und vom zweiten Detektor auf
- 30 das Analysemittel zu übertragen.

Ein optisches System richtet die Strahlung aus einer (Strahlen-)quelle vorzugsweise parallel aus, bevor sie

in den AOTF eintritt. Um die Strahlung von der Quelle aufzufangen, kann ein Kondensator eingesetzt werden, und sie (die Strahlung) kann dann auf eine Blende fallen, die die Winkelabweichung der Strahlung, die auf den Filter fällt, begrenzt. Einer Kollimatorlinse kann eine weitere Blende folgen, die die Strahlung, die auf den AOF fällt, begrenzt.

Hinter dem AOTF kann ein Achromatsystem verwandt werden, um die beiden abgestimmten Strahlen auf zwei symmetrische Blenden zu fokussieren. Die nicht-abgestimmten Strahlen werden abgeschattet. Ein Sammelsystem hinter jeder Blende kann verwendet werden, um die abgestimmten Strahlen auf zwei Lichtleitfasern zu fokussieren, eine zur Übertragung des einen abgestimmten Strahls auf eine Probenzelle, um die Probe zu analysieren, die andere für die direkte Übertragung des anderen abgestimmten Strahls auf einen Detektor.

Die Probenzelle, die auch Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist, erhält einen abgestimmten Strahl aus einer Lichtleitfaser und wendet ihn auf eine Probe in einem Analysebereich an. Der abgestimmte Strahl, der aus der Lichtleitfaser herauskommt, wird von einer ersten Glaskugel parallel ausgerichtet, bevor er die Probe belichtet. Eine zweite Glaskugel fokussiert die Strahlung, die durch die Probe übertragen und gestreut wird, auf eine weitere Lichtleitfaser, welche die Strahlung zu einem Detektor trägt.

Eine Steuer- und Regeleinrichtung, die einen Mikroprozessor enthält, analysiert den Proben- und den Vergleichsstrahl, um die Extinktion bei einer bestimmten Wellenlänge zu bestimmen. Der Mikroprozessor

betreibt auch den akusto-optischen Filter auf einer bestimmten Frequenz, um spezifische abgestimmte Wellenlängen zu erzeugen. Die Regeleinrichtung kann einen Niedrigfrequenz-Synthesizer und einen

5 Phasensynchronisierkreis (phase lock loop) benutzen, der einen spannungsgeregelten Hochfrequenzoszillator und einen Treiberkreis enthält, um die tatsächlichen Ansteuerungsfrequenzen zu erzeugen. Der Mikroprozessor sieht durch sein Abtastmuster und seine

10 Frequenzerzeugung Fehlerkorrekturen vor, einschließlich der Korrektur von Temperaturabweichungen.

Die Erfindung wird anhand einer Zeichnung beschrieben. Die Figuren zeigen im einzelnen:

Abbildung 1 ist ein schematisches Diagramm der

15 Hauptelemente des akusto-optischen abstimmbaren Spektrometers aus der vorliegenden Erfindung;

Abbildung 2 ist ein schematisches Diagramm der Abstimmung der einfallenden Strahlung durch einen doppelbrechenden akusto-optischen Filter;

20 Abbildung 3 ist eine schematische Ansicht des optischen Systems der vorliegenden Erfindung;

Abbildung 3a ist eine Vorderansicht der ersten Blende des optischen Systems, das in Abbildung 3 gezeigt wird;

25 Abbildung 3b ist eine Vorderansicht der zweiten Blende des optischen Systems, das in Abbildung 3 gezeigt wird;

ERSATZBLATT

10

Abbildung 3c ist eine Vorderansicht der Scheibe, die im optischen System, das in Abbildung 3 gezeigt wird, verwandt wird, einschließlich der ersten und zweiten Selektionsblende und dem Dunkelfleck;

5 Abbildung 4 ist eine Querschnittsansicht des ausgeführten Kondensor- und Kollimatorsystems, das in der vorliegenden Erfindung verwendet wird;

10 Abbildung 5 ist ein Längsschnitt des ausgeführten optischen Austrittssystems (exit optics system), das in der vorliegenden Erfindung verwendet wird;

Abbildung 5a ist eine Vorderansicht des hinteren Teils des optischen Austrittssystems und zeigt die Anschlußstücke für die Lichtleitfasern;

15 Abbildung 6 ist eine Seitenansicht des aufgebauten optischen Systems der vorliegenden Erfindung, wobei das Gehäuse akusto-optischen abstimmbaren Filters im Querschnitt gezeigt wird;

Abbildung 6a ist eine Ansicht des Heizelementes, das in der vorliegenden Erfindung verwendet wird;

20 Abbildung 6b ist eine Aufsicht auf das aufgebaute optische System, das in Abbildung 6 gezeigt wird, wobei ein Teil der Abdeckung des akusto-optischen Filtergehäuses entfernt wurde;

25 Abbildung 7 ist ein schematisches Diagramm des elektrischen Systems der elektrooptischen Baugruppe;

ERSATZBLATT

//

Abbildung 8 ist ein schematisches Diagramm des Analogblocks, der in Abbildung 7 gezeigt wird;

Abbildung 8a ist ein schematisches Diagramm der bevorzugten Ausführungsform des Analogblocks in
5 Abbildung 7;

Abbildung 9 ist ein Schnitt durch die
~~erfindungsgemäße Flüssigkeitszelle;~~

Abbildung 9a ist ein Schnitt längs der Linie B-B in Abbildung 9;

10 Abbildung 9b ist eine Querschnittsansicht des Leckagedetektors, der in der Flüssigkeitszelle verwendet wird;

Abbildung 10 ist eine Seitenansicht der Flüssigkeitszelle aus Abbildung 9 von außen;

15 Abbildung 11 ist eine schematische Zusammenstellung der Steuerung, die in der vorliegenden Erfindung verwendet wird;

Abbildung 11a ist ein schematisches Diagramm des in Abbildung 11 dargestellten Hochfrequenz-
20 Synthesizers;

Abbildung 12 ist eine Darstellung Frequenz gegen Intensität, die die akustische Resonanz zeigt; und

Abbildung 12a ist eine Darstellung Frequenz gegen Intensität ohne akustische Resonanz.

ERSATZBLATT

- Das akusto-optisch abstimmbare Spektrometer (AOTF) der vorliegenden Erfindung besteht aus einem elektro-optischen System 100, einer Probenzellen 200 und einer Steuerung 300, wie es in Fig. 1 schematisch dargestellt ist. Das akusto-optisch abstimmbare Filter 114 ist schematisch als Parallelogramm in Fig. 2 gezeichnet. Das AOTF 114 ist eine nicht-kolliniare Einheit, die vorzugsweise aus einem doppelbrechenden Tellur-Dioxyd(TeO_2)-Kristall besteht. Die in der vorliegenden Erfindung benutzten AOTF werden von Crystal Technology Inc., einer Tochterfirma von Siemens oder von AOTF Technology Inc. zur Verfügung gestellt. Tellur-Dioxyd wird deshalb bevorzugt, weil es eine vorteilhafte Gütekennzahl für akusto-optische Wechselwirkungen aufweist und akustische Scherwellen darin langsam fortschreiten. Die Hohe Gütekennzahl und die langsame Ausbreitungsgeschwindigkeit ermöglicht eine niedrige Ansteuerungsfrequenz. Auch andere Kristalle, wie Lithium-Niobat oder Quarz können benutzt werden. In Beispielen erzeugen ein oder mehrere piezo-elektrische Übertragungseinheiten 122 aus Lithium-Niobat akustische Scherwellen 2 im Kristall. Die akustischen Wellen laufen von der unteren linken Ecke "a" des AOTF zur oberen rechten Ecke "b". In einer nicht kollinearen Einheit ist die einfallende Strahlung fast rechtwinklig zur Front der akustischen Welle. Die Übertragungsvorrichtung 122 wird von Steuerung 300 angesteuert, die weiter unten genauer beschrieben ist.
- Wenn parallele Strahlen einer einfallenden Strahlung den AOTF 114 durchlaufen, polarisiert die doppelbrechende Eigenschaft des Kristalls den Strahl in einen ordentlichen Strahl "O", der geradeaus durch den Kristall hindurchläuft, und einen außerordentlichen

- Strahl "E", der in einem kleinen Winkel zum ordentlichen Strahl "O" gebrochen wird. Dies ist in Fig. 2 übertrieben dargestellt. Zusätzlich wird angenommen, daß die akustischen Scherwellen 2, die im Kristall erzeugt werden, eine akusto-optische Wechselwirkung mit dem Kristall erzeugen, der die Hauptebene des Brechungsindex im Kristall für bestimmte Wellenlängen verdreht. Dies bewirkt die ~~Polarisation eines engen Wellenlängenbandes des~~
- 5 ordentlichen Strahls, das demjenigen des außerordentlichen Strahls "E" entspricht und die Polarisation desselben Wellenlängenbandes des außerordentlichen Strahls, das demjenigen des ordentlichen Strahls entspricht. Die Bandbreite kann
- 10 ungefähr 3 bis 15 Nanometer betragen und der Strahl mit der speziellen Bandbreite wird als selektiert bezeichnet. Die abgestimmte Bandbreite hängt von der Frequenz der erzeugenden akustischen Welle und von der Gestalt des Kristalls ab.
- 15
- 20 Wenn der Kristall erregt wird, bleibt die nicht-selektierte Bandbreite des ordentlichen Strahls ungebrochen, wie durch Pfeil "NO" gekennzeichnet. Die nicht selektierten Bandbreite des außerordentlichen Strahls wird in ihre ursprüngliche Richtung gebrochen,
- 25 parallel zum einfallenden Strahl, wie durch den Pfeil "NE" gekennzeichnet ist. Dagegen werden die selektierten Bandbreiten des außerordentlichen und ordentlichen Strahls ungefähr 6 bis 8° weg vom einfallenden Strahl gebrochen, wie durch die Pfeile
- 30 "TE" und "TO" gekennzeichnet. Deshalb treten aus dem Kristall zwei unabhängig selektierte Strahlen der gleichen, engen Bandbreite um ungefähr 12 - 16° voneinander abweichend aus. Jeder selektierte Strahl

weicht um 6 bis 8° vom nicht-selektierten Licht ab.

Entweder können in der vorliegenden Erfindung zwei unterschiedliche Kristalle benutzt werden, einer, um im Bereich zwischen 800 und 1400 Nanometer zu selektieren und der andere, um im Bereich zwischen 1100 und 2500 Nanometer zu selektieren. Es wird eine Ansteuerfrequenz zwischen 40 und 80 MHz benötigt, um auf die längeren Wellenlängen abzustimmen, während zur Abstimmung der kürzeren Wellenlängen 90 bis 150 MHz benötigt werden. Der ATOF-Kristall hat ein Rauschen von weniger als 1% der abgestimmten Energie.

Das elektro-optische System

Das universelle zweistrahl-akusto-optische System der vorliegenden Erfindung, das schematisch in Fig. 3 dargestellt ist, trennt, wie oben beschrieben, die beiden selektierten Strahlen. Vorzugsweise besteht das System aus einer Infrarotstrahlungsquelle 102, einem Kondensor-System 104, das eine Blende 108 beinhaltet, einem Kollimator 110, einer zweiten Blende 112, dem akusto-optisch abstimmbaren Filter 114 in eine ...gruppe 158, einem achromatischen Linsensystem 116, einer Scheibe 118 und einem Paar Kondensatorsysteme 120.

Als Strahlungsquelle wird vorzugsweise eine übliche Wolfram-Halogen-Lampe 102 gewählt. Falls das System etwa zwischen 1,5 bis 2,5 (microns) betrieben soll, wird zur Verstärkung der Strahleigenschaften der Lampe vorzugsweise innerhalb der Lampe ein goldbeschichteter

konzentrischer Reflektor angeordnet, wie in US-PS 4 346 383 b beschrieben. Erfahrungsgemäß ist er für kürzere Wellenlängen nicht erforderlich.

- Die von der Wolfram-Lampe 102 ausgehende Strahlung
- 5 durchläuft vorzugsweise das Kondensorsystem 104, das ein Paar plankonvexer Linsen 106 mit einer Vergrößerung zwischen 2 bis 1 aufweist. Brauchbar sind die Linsen von Melles Griot, Inc. Die Linsen bündeln das Licht der Wolfram-Lampe 102 in Richtung Blende 108, wie in Fig.
- 10 3a gezeigt, die ein rechteckiges Profil besitzt. Die Blende ist 2x4 mm groß. Die lange Achse der Öffnung ist im wesentlichen parallel zur Richtung der erzeugten akustischen Welle. Die Blende 108 bestimmt den Winkelbereich des in den AOTF 114 einfallenden
- 15 Lichtstrahls. Die Größe der Öffnung hängt ab vom Brechungswinkel der selektierten Strahlen, die vom AOTF 114 austreten, und wird so gewählt, daß die selektierten Strahlen "TE" und "TO", die aus dem AOTF 114 austreten, von der ungebrochenen, nicht
- 20 selektierten Strahlung, die als "NT" in Fig. 3 gekennzeichnet ist, getrennt wird. Der Brechungswinkel des benutzten AOTF beträgt ungefähr 6 bis 8°.

- Eine Kollimatorlinse 110 wird vorzugsweise vorgesehen, um die Strahlung, die durch die Öffnung 108
- 25 hindurchtritt parallel zu richten, bevor die Strahlung in den AOTF 114 eintritt. Um die Streuung des in den AOTF eintretenden Lichts zu minimieren ist es notwendig, daß die Linse sauber, frei von Kratzern und Blasen ist. Die Linse ist ein F2, akromatisches Doppel
- 30 mit 40 mm Brennweite und 18 mm Durchmesser, wie als Modell Nr. 01LA0037 von Melles in Griot erhältlich. Sie ist ungefähr 36 mm von der Blende 108 entfernt

angeordnet. Anstatt der Kollimatorlinse ist es möglich, die Länge des Lichtweges zwischen der Öffnung 108 und dem AOTF 114 so zu vergrößern, daß die Strahlung im wesentlichen parallel ist. Außerdem ist es für weniger anspruchsvolle Anwendungen möglich, auf das Kondensatorsystem zu verzichten und die Lampe 102 an Stelle der Blende 108 zu setzen.

Hinter der Kollimatorlinse 110 ist eine zweite Blende 112 angeordnet, um den in den AOTF 114 eintretenden Strahl zu begrenzen. Der Querschnitt des Strahls sollte geringfügig kleiner als die Größe des Kristalls sein, so daß das Licht von keiner anderen Oberfläche in den AOTF 114 einstreut. Die Abmessungen dieser Blenden betragen 7 x 11 mm. Die Abmessungen der Einfallfläche der AOTF-Baugruppe 158 sind 8 x 12 mm. Eine Vorderansicht der zweiten Öffnung ist in Fig. 3b gezeigt.

Die den AOTF-Kristall 114 verlassende Strahlung durchläuft das achromatische Linsensystem 116, das aus einer achromatischen Objektivlinse 116a und einer durch Luft getrennten aplanaren meniskusförmigen Linse 116b besteht. Die Durchmesser der Linsen betragen 30 mm, was groß genug ist, um die Strahlen zu bündeln. Die Linsen müssen lichtstark sein und haben deshalb eine niedrige F-Zahl. Das ausgewählte System ist F2, wobei die Brennweite das Doppelte des Durchmessers beträgt. Die vorderseitige Brennweite der Linse liegt im wesentlichen in der Austrittsebene des Kristalls, so daß der Hauptstrahl des Systems parallel zur optischen Achse die Linsen des Systems verläßt. Die erste Linse liegt etwa 45 mm von der Endfläche des Kristalls entfernt. Diese Linsen sind ebenfalls von Melles Griot,

Modell Nr. 01 LAO 7a bzw. 01 LAM 155 erhältlich.

Die nicht-selektierte Strahlung wird durch die Linse entlang der optischen Achse des Systems fokussiert, während die beiden selektierten Strahlen symmetrisch auf gegenüberliegenden Seiten der optischen Achse fokussiert werden. Jeder Strahl wirft ein Bild der Öffnung 108.

Wie in Fig. 3c gezeigt, weist die Scheibe 118 zwei Öffnungen für den selektierten Strahl auf, die die gleichen Abmessungen wie die Öffnung 108 haben. Je ein selektierter Strahl ist auf je eine Schablone fokussiert. Im Zentrum der hinter dem Filter angeordneten Feldschablone befindet sich ein schwarzer Fleck 130, der aus optisch schwarzer Farbe besteht, beispielsweise NEXTEL C101 von 3M. Die nicht-selektierte Strahlung wird auf diesen schwarzen Fleck 130 fokussiert, wo sie absorbiert wird. Die Öffnungen für die selektierten Strahlen sollten symmetrisch zur optischen Achse des Systems angeordnet werden, im wesentlichen in der Ebene, in der die akustischen Wellen eingeleitet werden. Die Feldschablone ist 35 mm hinter den Linsen 116b angeordnet. Hinter jeder Feldschablone 126, 128 befindet sich ein kleines Kondensatorsystem 120, das aus symmetrischen konvexen Linsen 120a und plankonvexen Linsen 120b besteht. Diese Linsen bündeln die selektierten Strahlen auf die optischen Leiter 132a und 132b. Um die Absorption von infraroter Strahlung in den optischen Leitern selbst zu verringern, weisen die Leiter vorzugsweise einen geringen OH-Wert auf. Solche Leiter sind z.B. von Fiberguide Industries, Inc. erhältlich.

Ein wesentliches Merkmal der vorliegenden Erfindung liegt in der Möglichkeit, jeden der selektierten Strahlen unabhängig voneinander zu bündeln, indem jeder Strahl auf eine getrennte Blende fokussiert wird. Auf diese Weise bedarf es keiner Polarisieratoren, wie im Stand der Technik, um die Strahlen herauszufiltern, die nicht zur Analyse benutzt werden. Die Polarisatoren sind teuer, ihr Gebrauch im Zusammenhang mit doppelbrechenden Kristallen vergeudet die Hälfte der Energie, die zur Analyse brauchbar wäre. Durch die Nutzbarmachung des zweiten selektierten Strahls, der einen nahezu identischen optischen Weg wie der zur Analyse benutzte Strahl durchläuft, kann bei niedrigeren Kosten als im Stand der Technik eine bessere Korrektur des Signalrauschens erzielt werden.

Das effektiv verwendete Kondensor- und Kollimatorsystem wird in Abbildung 4 im Querschnitt mit den entsprechenden Bestandteilen aus Abbildung 3, die mit denselben Nummern versehen sind, gezeigt. In Abbildung 4, die gegenüber der Ausrichtung in Abbildung 3 90 Grad um die optische Achse gedreht ist, gibt es einen Systemrahmen 133, der die Bestandteile trägt. Eine Lampenhalterung 134 ist für die Lampe 102 vorgesehen. Ein Lampenträger (lamp mount) 136 befestigt die Lampe, deren Position mit einer Zentriervorrichtung 138 verändert werden kann. Rippen zur Wärmeabstrahlung umgeben die Lampenhalterung 134 von außen, um eine Überhitzung der Lampe zu verhindern. Ein Haltekeil (retainer) 142 liegt zwischen der Lampenhalterung 134 und dem Kondensor 106, die durch die Bolzen 107 miteinander verbolzt sind. Das Kollimator-Objektiv (collimating lens) 110 liegt in einem Halter 144, der am Rahmen 133 festgeschraubt ist. Die Lage des

- Objektivs kann eingestellt werden, indem der Halter gedreht wird. Der Bolzen 109 befestigt die erste Blende 108 am Inneren des Rahmen 133, während der Bolzen 113 die zweite Blende 112 befestigt.
- 5 Abbildung 5 zeigt das optische System hinter dem AOTF 114, das als das optische Austrittssystem 145 bezeichnet wird und das auch gegenüber der Ausrichtung in Abbildung 3 90° um die optische Achse gedreht ist. Der Achromat 116 liegt in einem Halter 146, dessen Lage
-
- 10 man auf dieselbe Weise durch Drehung einstellen kann wie die des Kollimator-Objektivs 110. Das Kondensorsystem 120 liegt in einem unbeweglichen Halter 148. Die Bolzen 119 befestigen den Gegenhalter (back stop) hinter dem Filter an seiner Position.
- 15 Das Kondensorsystem 120 fokussiert den einfallenden abgestimmten Strahl in den Bereich 150, der zu einem Lichtleitfaser-Anschlußstück 152 führt, das die Verbindung zur Lichtleitfaser 132a herstellt. Das zweite Kondensorsystem und der (zweite)
- 20 Lichtleitfaseraufbau liegen hinter denen, die in Abbildung 5 gezeigt werden. Abbildung 5a ist eine Ansicht des hinteren Teils des optischen Systems aus Abbildung 5 und zeigt die beiden Lichtleitfaser-Anschlußstücke 152 und 152a.
- 25 Die Bolzen 153 befestigen die Anschlußstücke 152 und 152a an ihrem Platz. Abbildung 6 ist eine Seitenansicht des akusto-optischen Systems 102 und zeigt den Kondensor-/Kollimatorsystem-Rahmen von außen und das optische Austrittssystem 145 von außen, die mit
- 30 dem AOTF-Rahmen 156 durch die Schrauben 156a und 156b verschraubt sind. Der AOTF-Rahmen wird im Querschnitt

- gezeigt. Das AOTF-Modul 158, das den AOTF 114 und die Wandler (transducer) 122 enthält, liegt auf einem Sockel (support block) 160. Das Modul 158 wird vom Hersteller versiegelt geliefert. Es hat die
- 5 jeweiligen Eintritts- und Austrittsöffnungen 162 und 164, um die Strahlung passieren zu lassen. Die Öffnungen sind 8 mm x 12 mm groß. Zwischen dem Sockel 160 und dem AOTF-Modul 158 befindet sich ein
-
- 10 Heizelement 164, das bei Minco Products, Inc. erhältlich ist und das die Temperatur des AOTF-Moduls 158 hält. Unter dem Heizelement 164 befindet sich im Sockel 160 ein Thermoschalter 165, um eine Überhitzung zu vermeiden. Das Heizelement mit den Heizschlangen 164a wird in Abbildung 6a detaillierter dargestellt.
- 15 Eine Regeleinrichtung 166 steuert den Betrieb des Heizelementes 164. Abbildung 6b ist eine Aufsicht auf das akusto-optische System 102, wobei die Abdeckung des AOTF-Rahmens 156 teilweise entfernt wurde, und zeigt die Regeleinrichtung 166 für das Heizelement 164. In
- 20 Abbildung 7 wird ein Temperaturfühler 167 gezeigt, der mit der Regeleinrichtung für das Heizelement verbunden ist. Das Heizelement ist in der Lage, die Temperatur des Kristalls innerhalb von einem Grad Celsius (über oder unter) der gewünschten Temperatur, die zwischen 40
- 25 und 50 Grad Celsius betragen kann, zu halten.

- Zurück zu Abbildung 6: innerhalb des AOTF befindet sich ein Temperaturfühler 170, der die Temperatur des AOTF 114 an die Regeleinrichtung 200 übermittelt. Die Justierschrauben 172 ermöglichen es, die Lage des
- 30 Moduls 158 per Drehung einzustellen. Der Sockel 160 befindet sich auf dem Boden des Rahmen 156, der von vier Stoßdämpfern 176, die bei der Lord Inc. erhältlich sind, getragen wird.

Die Lichtleitfasern 132a und 132b, die in Abbildung 6b dargestellt werden, wie sie das optische Austrittssystem 145 verlassen, laufen in demselben Kabel (nicht abgebildet) zur Probenzelle 200, die weiter unten erörtert wird. Sie laufen auch im selben Kabel von der Probenzelle zu den Detektoren. Es wird erwartet, daß dadurch, daß die Lichtleitfasern eng benachbart zueinander im selben Kabel gehalten werden, Abweichungen bei unterschiedlicher Temperatur, die den einen abgestimmten Strahl beeinträchtigen könnte, den anderen in ähnlicher Weise beeinträchtigen. Daher kann das Rauschen der Lichtleitfasern wirksam korrigiert werden.

Die elektrischen Bestandteile des elektrooptischen Systems 100 werden in den Abbildungen 7 und 8 dargestellt. In Abbildung 7 betreibt der Hochfrequenz-Verstärker 124 die Meßwandler 122 innerhalb des optischen Systems 102. In Abbildung 6b wird ein Kabel 124a dargestellt, das mit dem AOTF-Modul 158 verbunden ist und die Leistung des Hochfrequenz-Verstärkers auf die Wandler 122 überträgt. Eine Stromversorgung 124b mit 28 Volt liefert dem Verstärker 124 Energie. Die Lampe 102 wird von einer Stromversorgung 102a mit 5 Volt mit Energie versorgt. Das Heizelement 164, der Thermoschalter 165 und die Temperaturregeleinrichtung 166 werden mit ihrer Wechselstromversorgung 166a dargestellt. Der Thermofühler 170 wird mit dem Ausgang, der zur Regeleinrichtung führt, dargestellt.

Ein Analogblock 178 wird mit einem Eingang (input) 226 dargestellt, die die Lichtleitfaser ist, welche das Strahlenbündel, das die Probe belichtet, überträgt. Der Eingang 132b ist die Lichtleitfaser, die den

Vergleichsstrahl überträgt. Der Eingang 190 ist die vom Temperaturfühler 170 in das AOTF-Modul 158, und der Eingang 192 ist die von einem Temperaturfühler 246 in die Probenzelle 200, die weiter unten erörtert wird.

- 5 Die Ausgangsleitungen 190a und 192a übertragen Signale von den Temperaturfühlern 170 und 246 zur Regeleinrichtung 300. Die Ausgangsleitungen 186 und 186a übertragen Daten von den Lichtleitfasern 226 und 132 dementsprechend, wie es weiter unten erörtert wird.
- 10 Der Analogblock 178 wird von der Stromversorgung 178a mit Energie versorgt. Die Konstruktionseinzelheiten des Analogblocks werden in den Abbildungen 8 und 8a genauer dargestellt.
- 15 In Abbildung 8 werden die Detektoren 180 und 180a, vorzugsweise Photodioden aus Indium-Galliumarsenid, dargestellt, die an die Vorverstärker 182 und 182a und die Regelverstärker 184 und 184a angeschlossen sind, deren Ausgänge 186 und 186a zur Regeleinrichtung 300 zum Zwecke der Analyse führen. Die Regelverstärker
- 20 werden über die Eingangsleitungen 188 und 188a durch die Regeleinrichtung 300 gesteuert. Wenn das Signal, das von der Regeleinrichtung 300 von den Regelverstärkern 184 oder 184a empfangen wird, unter einem vorbestimmten Niveau ist, steigert die
- 25 Regeleinrichtung 300 die Verstärkung der Verstärker 184, 184a, so daß das Signal für die Auflösung ausreicht. Abbildung 8 zeigt sechs Eingangsleitungen 188 und 188a von der Regeleinrichtung, die die Eingänge zu den Regelverstärkern darstellen. Die
- 30 Indium-Galliumarsenid-Detektoren sind bei der Epitaxx Inc. erhältlich, Modell Nummer ETX 1000. Detektoren aus Germanium können auch verwendet werden.

- Indium-Galliumarsenid-Detektoren sind in einem Bereich von 900-1700 Nanometern wirksam. Um den Wellenlängenbereich, der vom AOTS 1 ermittelt werden kann, auszudehnen, wird es vorgezogen, einen
- 5 Doppeldetektor, der aus einer Doppelschicht aus Indium-Galliumarsenid und Silikon besteht und einen wirksamen Bereich von 400-1100 Nanometer hat, einzusetzen. Die Detektoren werden in dieselbe Photodiode plaziert, wobei der Silikondetektor oben ist. Damit sie mit den
- 10 Lichtleitfasern, die einen Durchmesser von 1 mm haben, zusammenpassen, sollte der Indium-Galliumarsenid-Detektor einen Durchmesser von 1-2 mm haben, während der Silikondetektor einen Durchmesser von 2-3 mm haben sollte. Ein derartiger Doppeldetektor ist auch bei der
- 15 Epitaxx, Inc. als Modell Nummer 2000 si erhältlich. Ein Teilschema der Schalttechnik, die mit einem Doppeldetektor verwendet wird, wird mit den entsprechenden Bestandteilen, deren Ziffern mit Strick gekennzeichnet sind, in Abbildung 8a dargestellt.
- 20 Die Detektoren werden auf demselben Aluminiumträger auf der Analogschaltungskarte (analog card), die dem Analogblock 178 entspricht, angebracht. Da sie sich in derselben Umgebung befinden, haben sie etwa dieselben Temperaturen. Ein Temperaturregler kann zwecks größerer
- 25 Präzision bereitgestellt werden, um die Temperatur der Detektoren auf demselben Niveau zu halten.

- Abbildung 8 zeigt auch die Eingabe 190 vom Temperaturfühler 170 auf das AOTF-Modul 158 und die
- 30 Eingabe 192 vom Temperaturfühler zur Probenzelle 200, die weiter unten erörtert wird. Diese Eingaben werden durch die Verstärker 194 und 196, deren Ausgaben zur Steuerung 300 führen, verstärkt.

Die Flüssigkeitszelle

Die Flüssigkeitszelle 200 der vorliegenden Erfindung verfügt über eine einzigartige Konstruktion mit breiter Anwendbarkeit. Abbildung 9 zeigt eine

5 Querschnittsansicht der Zelle 200, die zwei Hauptteile hat, die Gehäuse 214 und 214a. Die zu testende Probe tritt in die Zelle durch ein Rohr bei 202 ein. Der Weg

10 nimmt zwei Biegungen um 90 Grad, um die Probe in den Analysebereich 204 zu bringen, wo sie einem abgestimmten Strahlenbündel ausgesetzt wird. Der Analysebereich wird von zwei transparenten, parallelen Fenstern 206 und 208 begrenzt, die vorzugsweise Saphirscheiben sind. Der Weg nimmt zwei weitere Biegungen um 90 Grad und verläßt die Probenzelle bei
15 210. Vorzugsweise sollte die Probe sich aufwärts bewegen, um die Bildung von Blasen zu vermeiden.

Die Strahlung zum Testen der Probe tritt in die Zelle 200 durch das Lichtleitkabel 132a, das an einer vorderen Faseroptikkupplung 212 befestigt ist, ein. Die
20 Kupplungsschrauben an einem Gewindeabschnitt 215 des Zellengehäuses 214 und ihre Lage lassen sich durch Drehen einstellen. Die Strahlung muß parallel ausgerichtet werden, um zu gewährleisten, daß die Strahlung auf die Probe fällt. Dies erleichtert nach
25 ihrem Einwirken auf die Probe auch das Auffangen der Strahlung. Bei Probenzellen nach dem bekannten Stand der Technik wurden Kollimator-Objektive benutzt. Man hat jedoch herausgefunden, daß eine Glaskugel 216 von geeigneter Größe die Parallelausrichtung ebenso gut
30 oder besser erbringt als konventionelle Objektive, und zwar bei geringeren Kosten. Darüber hinaus ist der Aufbau der Probenzelle 200 mit Glaskugeln leichter als

mit Objektiven, da es keine Ausrichtungsprobleme gibt. Die Kugel kann einfach auf ihre Position gesetzt werden und wird von der Randleiste (shoulder) 218 des Zellengehäuses 214 getragen. Ein Halter 220 befestigt die Kugel 216 an ihrem Platz, und eine O-Ring-Dichtung 222a verhindert das Einsickern von Probenflüssigkeit, wenn es ein Leck gibt. Bei der vorliegenden Anwendung hat die Glaskugel einen Durchmesser von ca. 25,4 mm.

Die optimale Kugelgröße für diese Größe der Lichtleitfaser wurde durch ein Programm zur Berechnung des optischen Strahlengangs wie z.B. Optec II von Scioptics bestimmt. Geeignete Kugeln sind bei der Imetra, Inc. erhältlich.

Das parallel ausgerichtete Licht bewegt sich durch die erste Saphirscheibe 206 und wirkt auf die Probe ein. Strahlung, die durch die Probe übertragen oder verstreut wird, bewegt sich durch die zweite Saphirscheibe 208 und durch eine zweite Glaskugel 222, die mit der ersten identisch ist. Die Glaskugel 222 fokussiert die Strahlung in ein Auffangmittel, vorzugsweise das Lichtleitkabel 226 in der Kupplung 224. Die Glaskugel 222 ruht auf der Randleiste 218a des Gehäuses 214a. Der Halter 220 befestigt sie an ihrem Platz und sie ist mit dem O-Ring 222a versiegelt.

Die Gehäuse 214 und 214a sind durch die Randleisten 215 und 230 miteinander verschraubt. Die beiden Gehäuse können leicht getrennt werden, wodurch der Analysebereich 204 und der Probendurchflußweg für eine direkte Reinigung freigesetzt wird. Dies ist ein Hauptvorteil gegenüber den Probenzellen des bekannten Standes der Technik, die im allgemeinen nur dadurch gereinigt werden können, daß der Durchflußweg der Probe

gespült wird. Ein O-Ring-Dichtung 228 versiegelt die Probenzelle gegen Lecks zwischen den Gehäusen.

Die Tiefe "d" des Analysebereichs 204 hängt von der Probe, die getestet werden soll, ab und kann je nach Probe zwischen etwa 0,10 - 100 mm variieren. Für Proben wie zum Beispiel Käse oder Schokolade, die eine übermäßige Streuung verursachen und das Auffangen von hinreichender Strahlung zur Bestimmung nützlicher Daten verhindern, wird eine engere Zelle bevorzugt. Für Bier oder organische Bestandteile wie zum Beispiel Benzin, die nicht genügend Strahlung streuen, daß es die Analyse stören würde, würde eine größere Probenzelle bevorzugt.

Die Probenzelle kann leicht in verschiedenen Größen hergestellt werden, indem lediglich die Höhe der Randleisten 230 und 215 verändert wird.

Die Probenzelle der vorliegenden Erfindung schließt die Leckdetektoren 234 ein, die den Sickerverlust von Proben-(flüssigkeit) quer über die Saphirscheiben 206 und 238 nachweisen. Die Detektoren werden in Abbildung 9 von oben dargestellt.

Abbildung 9a zeigt einen Querschnitt des Leckdetektors 234, der aus einem mit einem Gewinde versehenen Stahlstab 236, der von einer Plastikhülse 238 umgeben ist, besteht. Der Stab 236 und die Hülse 238 befinden sich in einer Bohrung 240 mit einer Verbindungsmöglichkeit mit dem Bereich "b". Abbildung 9b ist eine Ansicht längs der Linie B - B und zeigt den Bereich b. Ein Draht von dem elektrooptischen System 100 ist an einer Schraube 242 befestigt, der oben am

Stab 236 bei einer offenen Leitung aufgeschraubt ist. Wenn Proben-(flüssigkeit) in den Bohrung 240 sickert und mit dem Stab 236 in Berührung kommt, entsteht beim Stab ein Kurzschluß. Dies wird von der Steuerung 300 dementsprechend, wie es weiter unten erörtert wird, ermittelt. Die Steuereinrichtung 300 kann zum Beispiel durch ein Licht oder ein Alarmsignal anzeigen, daß ein Leck vorhanden ist.

Die Probenzelle 200 umfaßt auch einen Temperaturfühler, der durch das elektrooptische System 100 an die Regeleinrichtung 300 angeschlossen ist. Siehe Abbildung 7. Schwankungen der Proben temperatur können seine Extinktion verursachen, und die Regeleinrichtung kann dies korrigieren, indem sie die Anzeige der Extinktion anpaßt oder die Konstante in der Konzentrationsgleichung verändert, was weiter unten erörtert wird.

Abbildung 10 ist eine Seitenansicht der Probenzelle 200 der vorliegenden Erfindung von außen. Ein Kabel 250 überträgt die Lichtleitfasern 132a und 132b. Die Lichtleitfaser 132b bewegt sich an den Probenzelle vorbei, während die Lichtleitfaser 132a in die Zelle eintritt. Das Kabel 250a überträgt die Lichtleitfasern 226 und 132b zu den Detektoren 180 und 180a. Die Temperatur der Fasern kann im wesentlichen auf demselben Niveau gehalten werden, weil die Lichtleitfasern in dasselbe Kabel eingeschlossen sind. Das Kabel 250 ist von metallenen Panzern 244 und 244a (protective metal collars) umgeben.

Die Probenzelle ist eine getrennte Einheit, die leicht bewegt und in den Fluß einer probe eingeschleift werden

kann. Sie wird zum Beispiel für die On-Line-Überwachung von Proben während eines Fertigungsprozesses eingesetzt. Die Probenzelle kann sich in jeder gewünschten Entfernung von dem elektrooptischen System 100 oder der Steuerung 300 befinden. Es ist oft
5 wünschenswert, die Probenzelle 200 von dem übrigen System abzusondern, wenn man es mit gefährlichen Proben wie zum Beispiel Benzin zu tun hat.

Die Steuerung

10 Die Regeleinrichtung 300 besteht aus einem Mikroprozessor 302, einem Eingabe-/Ausgabekreis (input/output circuit) 304, einem Hochfrequenz-Synthesizer 306 und einem Analog/Digital-Umsetzer 308 mit einer Multiplexer 308a, die in Abbildung 11
15 schematisch dargestellt sind. Auch die Stromversorgung 322 wird gezeigt. Jeder dieser Bestandteile steht mit den anderen über den AT BUS 303 in Verbindung. Der Mikroprozessor 302, wie zum Beispiel der Intel 80286 oder 80386, mit einem möglichen Co-Prozessor 80287 oder
20 80387, steuert den AOTF 114 durch den digitalen Eingabe-/Ausgabekreis 304 und den Hochfrequenz-Synthesizer 306. Die Leistung 306a des Hochfrequenz-Synthesizers 306 wird durch den Hochfrequenz-Verstärker
25 124 im elektrooptischen System 100 verstärkt. Siehe Abbildung 7. Der Eingabe-/Ausgabekreis 304 ist eine IBM-kompatible Eingabe-Ausgabe-Steckkarte, die zum Beispiel bei der Industrial Computer Source erhältlich ist.

30 Dem Mikroprozessor 302 werden Daten vom elektrooptischen System 200 über die Multiplexvorrichtung 308a des Analog-Digital-Wandlers

eingegeben. Vier Eingaben werden dargestellt. 186 und 186a sind von den Detektoren 180 und 180a. 192 und 192a sind von den beiden Temperaturfühlern 170 und 246.

Wenn Doppeldetektoren benutzt werden, wären zwei

- 5 zusätzliche Eingänge zur Multiplexvorrichtung 308a vorhanden. Der Analog-Digital-Wandler ist eine IBM-kompatible, 16-bit-Analog-Digital-Wandler-Steckkarte, die eine Multiplexvorrichtung umfaßt, und ist zum Beispiel bei der Analog Devices, Inc.

10 erhältlich.

Der Mikroprozessor 302 steuert die Regelverstärker 184, 184a im Analogblock 174 auch durch den digitalen Eingabe-/Ausgabekreis. Wenn die Signale, die der Mikroprozessor 302 von den Detektoren 180, 180a

- 15 empfängt, für eine angemessene Auflösung zu gering sind, steigert der Mikroprozessor 302 die Verstärkung durch die Regelverstärker 184, 184a. Wenn die Doppeldetektoren verwendet werden, gäbe es sechs zusätzliche Ausgänge bei den Regelverstärkern. Der digitale Eingabe-/Ausgabekreis 304 kann auch einen Kurzschluß im Leckdetektor 234 finden und gibt diese Information an den Mikroprozessor 302 weiter.
- 20

Ein Sichtanzeigegerät 312 zur Anzeige der Prozentsätze der Konzentration und ein Tastenfeld 314 für den Fernzugriff auf die Steuerung sind eingeschlossen. Sie sind über eine serielle Schnittstelle an den Mikroprozessor angeschlossen, wie zum Beispiel ein RS232 oder RS422, welche bei Metrabyte erhältlich sind. Es wird auch eine Stromversorgung 322 gezeigt.

- 25
- 30 Auf Wunsch kann ein ROM 16 für das Einschalten ohne Diskette beinhaltet sein. Als Alternative kann ein

Laufwerk 318 enthalten sein. Andere Möglichkeiten schließen eine Tastatur 320 zum Programmieren und eine Bildausgabe 322 ein.

- 5 Um den AOTF auf einer bestimmten Frequenz zu betreiben, damit ein bestimmtes Wellenlängenband abgestimmt wird, erzeugt der Mikroprozessor 302 eine 24 Bit-Binärzahl, die aus einer Tabelle ausgewählt wird. Sie könnte auch durch eine Gleichung festgelegt werden. Diese Nummer wird dem Hochfrequenz-Synthesizer über den Eingabe-
10 Ausgabekreis 304 eingegeben. Der Hochfrequenz-Synthesizer 306 besteht vorzugsweise aus einem Niedrigfrequenz-Synthesizer 324 und einem Hochfrequenz-PLL-Kreis (high frequency phase lock loop circuit) 326, wie es in Abbildung 11a dargestellt ist. Der PLL-Kreis
15 326 besteht aus einem spannungsgeregelten Oszillator ("VCO") 328, einem Frequenzteiler 330, einem Phasendetektor 332 und einem Filter 334.

- Der Niedrigfrequenz-Hochfrequenz-Synthesizer 306a ist ein Modell DDS von der A & A Engineering, das eine
20 Frequenz bis zu 6,5 MHz erzeugen kann. Für den Antrieb des AOTF sind jedoch etwa 75 bis 200 MHz erforderlich, daher wird ein PLL-Kreis 324 eingesetzt, um die erforderliche Frequenz zu erzeugen. Der VCO 328 erzeugt eine Hochfrequenz zwischen 75 und 200 MHz, die im
25 Frequenzteiler 330 durch 64 geteilt wird. Die Leistung des Frequenzteilers 330 liegt innerhalb des Frequenzbereichs des Niedrigfrequenz-Synthesizers 306a. Der Phasendetektor 332 vergleicht die Frequenz vom Hochfrequenz-Synthesizer 306a mit der des
30 Frequenzteilers 330. Wenn eine Differenz vorhanden ist, wird der VCO 328 eingestellt, bis er paßt. Der Hochfrequenz-Ausgang 336 des VCO 328 führt zum

Hochfrequenz-Schalter 338, der vom Mikroprozessor 302 über den Eingabe -/Ausgabekreis 304 gesteuert wird. Das Signal vom Hochfrequenz-Schalter 338 wird vom Hochfrequenz-Verstärker 124 im elektrooptischen System 100 verstärkt, um den AOTF 124 zu betreiben. Der VCO 328 kann ein Motorola MC1648 sein. Der Phasendetektor 332 kann ein Motorola 4044 mit einer Obergrenze von 8 MHz sein.

Anstatt des Niedrigfrequenz-Synthesizers und dem PLL könnte ein Hochfrequenz-Synthesizer verwendet werden, aber dies wäre sehr viel teurer. Das vorliegende System ist auf ca. 100 Hertz präzise und sehr schnell, es ermöglicht ein Umschalten zwischen Frequenzen in weniger als etwa 100 Mikrosekunden mit einer Schnelligkeit von ca. 30 Mikrosekunden.

Während des Betriebs analysiert das AOTS 1 eine Probe quer durch ein Programm von Wellenlängen, das Abtastung (scan) genannt wird. Die Abtastung kann aus mehreren Schlüsselwellenlängen (key wavelenghts) oder dem vollständigen Spektrum zwischen ca. 800 und 1700 nm bestehen, je nach Anwendung und den Erfordernissen des Benutzers. Es kann auch eine Abtastung zufällig gewählter Wellenlängen durchgeführt werden. Wie bereits oben erörtert, erzeugt der Mikroprozessor 302 einen 24-Bit-Binärkode, der vom Hochfrequenz-Synthesizer 306 in eine Frequenz umgewandelt wird. Diese Frequenz treibt den AOTF an und stellt ihn ein, um das bestimmte Wellenlängenband, das auf die Probe angewendet wird, auszuwählen. Nach dem Test wird ein weiterer 24-Bit-Code erzeugt, der der nächsten Frequenz und somit dem nächsten Wellenband entspricht. Dies wiederholt sich, bis alle Codes, die den in einer

Abtastung zu prüfenden Wellenlängen entsprechen, erzeugt worden sind. Normalerweise werden in einer Abtastung etwa 20 Wellenlängen getestet, was in einem Zeitraum von 0,001 Sekunden durchgeführt werden kann.

- 5 Während einer Abtastung macht Rauschen zahlenmäßig etwa 150 mikro-optische Dichte (micro-optical density) aus. Um die Präzision zu erhöhen, wird eine Abtastung vorzugsweise 100 Mal wiederholt, und aus den Ergebnissen wird der Durchschnitt gebildet. Bei 100
10 Abtastungen fällt der Einfluß des Rauschens auf ca. 30 mikro-optische Dichte. 100 Abtastungen können in ca. 0,10 Sekunden wiederholt werden. Dies ist viel schneller als die Abtastgeschwindigkeit von
15 mechanischen Spektrometern des bekannten Standes der Technik. Der Wellenlängen-Wiederholstreubereich liegt von Abtastung zu Abtastung im Rahmen von ca. 0,05 Nanometern.

- Der Controller 302 empfängt Spannungssignale von den Detektoren 180 und 180a, von dem Proben- und dem
20 Vergleichsstrahl. Der Controller 302 empfängt auch dann Spannungssignale von den Detektoren, wenn das System ruht und keine Strahlung empfangen wird. Diese "Dunkelfeld"-Werte werden vom Spannungssignal der Strahlen als Korrektur für Streulicht, das in das
25 System einfallen kann, subtrahiert. Der Logarithmus der korrigierten Spannung des Vergleichsdetektors wird durch die korrigierte Spannung des Probedetektors geteilt, um die Extinktion oder die optische Dichte der Probe bei einer bestimmten Wellenlänge zu bestimmen,
30 dementsprechend, wie es in der folgenden Gleichung dargestellt wird:

ERSATZBLATT

$$L = \text{Log} \left[\frac{V_{rd} - V_{rdr}}{V_{sd} - V_{sdr}} \right]$$

- 5 wobei L die optische Dichte oder Extinktion ist, V_{rd} die Spannung des Vergleichsdetektors während einer Messung ist, V_{rdr} die Spannung des Vergleichsdetektors ~~im Ruhezustand ist, V_{sd} die Spannung des~~
 10 ~~Probendetektors während einer Messung ist und V_{sdr} die~~
 Spannung des Probendetektors im Ruhezustand ist. Die Anzeigen im Ruhezustand sind normalerweise die ersten Messungen bei jeder Abtastung.

- Aus der Extinktion der Probe bei jeder Wellenlänge kann die Konzentration eines Bestandteils gemäß der
 15 folgenden Gleichung bestimmt werden:

$$(\%) = B_0 + B_1 L_1 + B_2 L_2 + \dots B_n L_n,$$

- wobei (%) die Konzentration des zu messenden Probenbestandteils ist, $B_0 \dots B_n$ Konstanten, die von der Probe und den Bestandteilen der zu messenden Probe,
 20 abhängen und $L_1 \dots L_n$ entsprechen der Extinktion des Bestandteils in der Probe bei den Testwellenlängen $\lambda_1 \dots \lambda_n$ sind.

- Während der Proben- und der Vergleichsstrahl von den Detektoren 180 und 180a gleichzeitig gemessen werden,
 25 kann der Analog-Digital-Umsetzer, der die Signale vom Detektor empfängt, nur ein Signal zur Zeit verarbeiten. Daher sind die Messungen des Proben- und des Vergleichsstrahl, die zur Bestimmung der Extinktion verwendet werden, mehrere Mikrosekunden voneinander

entfernt. Dieser Zeitunterschied ist zu kurz, um die Genauigkeit der Anzeigen zu beeinträchtigen. Es könnte ein Zweikanal-A-D-Umsetzer verwendet werden, doch dies würde die Kosten des AOTS erhöhen.

- 5 Zusätzlich zu den Korrekturen in Bezug auf Rauschen durch die Vergleichs- und Ruhezustandsmessungen könnten auch Korrekturen aufgrund von Temperaturschwankungen beim AOTF 114 erforderlich sein. Der Temperaturregler 166 und das Heizelement 164 können die Temperatur des
- 10 Kristalls im Rahmen von ± 1 Grad Celsius halten. Abweichungen im Rahmen von einem Grad können jedoch das Wellenlängenband der abgestimmten Strahlen leicht verändern. Daher kann der Mikroprozessor 302 einen 24-Bit-Differenz-Code erzeugen, um je nach dem
- 15 Temperatursignal vom Temperaturfühler eine unterschiedliche Antriebsfrequenz beim AOTF 114 zu generieren.

- Eine weitere mögliche Fehlerquelle ist die akustische Resonanz, die von der Reflexion der akustischen Welle vom Ende des Kristalls gegenüber den Wandlern
- 20 verursacht wird. Die Reflexion erzeugt eine Interferenz mit den primären akustischen Wellen, die von dem Wandler erzeugt werden und bildet ein Resonanzmuster, das das Wellenlängenband der
- 25 einfallenden Strahlung, die abgestimmt ist, ändert. Es sind verschiedene Möglichkeiten vorhanden, um diese Resonanz auf ein Minimum zu beschränken, wie zum Beispiel, daß das entfernte Ende des Kristalls
- 30 aufgeraut wird oder eine akustische Senke bereitgestellt wird, doch etwas Reflexion bleibt vorhanden.

Die Wirkung dieser Reflexion wird in Abbildung 12 dargestellt, die die Frequenz, mit der der Kristall betrieben wird, gegen die Intensität eines Signals bei einem Detektor ohne vorhandene Probe graphisch

5 darstellt. Die Kurve besteht aus Hochfrequenzschwingungen 3, die fast sinusförmig sind und die als akustische Resonanz-Randzone (acoustic resonant fringes) bezeichnet werden. Diese Resonanzen können bei der Extinktion einen Fehler von bis zu ca.

10 10 % hervorrufen. Die Intensität sollte sich gleichmäßig mit der Frequenz verändern, wie es in Abbildung 12a dargestellt ist. Das Gefälle 5 in der Graphik beruht auf der Extinktion der Lichtleitfaser selbst.

Eine Möglichkeit der Korrektur von akustischer Resonanz besteht darin, die Extinktionen an vielen, eng zusammenliegenden Punkten zu testen und den Durchschnitt aus der entstehenden Kurve zu ermitteln.

- 5 Dies kann zeitaufwendig sein. Man hat herausgefunden, daß ein Durchschnitt der Intensität von einer Viertel Wellenlänge über und unter der gewünschten Frequenz sich genau der tatsächlichen Intensität annähert.
-

- 10 Die derzeit bevorzugte Möglichkeit besteht darin, aus der Intensität bei einer gegebenen Frequenz und der Intensität bei dieser Frequenz plus der Hälfte der Wellenlänge einer akustischen Resonanz den Durchschnitt zu ermitteln. Dieser Wert kann auch vom Hersteller des Kristalls, gestützt auf die Eigenschaften des
- 15 Kristalls, bestimmt werden.

- Die einzigartige optische Konstruktion und die vielen Korrekturen, die von dem Kontrollsystem vorgenommen werden, versetzen das AOTS der vorliegenden Erfindung in die Lage, schneller, sorgfältiger und präziser zu
- 20 sein als Analysesysteme des bekannten Standes der Technik. Es ist eine nahezu gleichzeitige Auswertung einer Probe über das gesamte interessierende Spektrum möglich. Das System ist für On-Line-Überwachung von fließenden Proben während der Betriebsabläufe ideal
- 25 geeignet.

P A T E N T A N S P R Ü C H E

1. Aukusto-optisch abstimmbares Zweistrahl-
5 Spektrometer bestehend aus einer Strahlungsquelle,
~~einem akusto-optisch abstimmbaren Filter,~~
einer Ansteuerung für das akusto-optische Filter
mit einer vorgewählten Frequenz, d a -
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß das
10 Filter doppelbrechend ausgebildet ist und
einfallende Strahlung in eine erste und eine
zweite Strahlung von unterschiedlicher Richtung
bestimmter Frequenz sowie in eine außerhalb der
Frequenz liegenden Strahlung aufgeteilt wird, und
15 Vorrichtungen zur Sammlung der ersten Strahlung
vorgesehen sind, um eine Probe zu analysieren,
sowie
Vorrichtungen zur Sammlung der zweiten Strahlung,
um sie als Referenz zu benutzen.
- 20 2. Aukusto-optisch abstimmbares Spektrometer
bestehend aus
einer Strahlungsquelle,
einer Vorrichtung zur Kollimation von aus der
Quelle austretender Strahlung,
25 einem akusto-optisch abstimmbaren Filter,
einer Ansteuerung des akusto-optisch abstimmbaren
Filters für spezielle Frequenzen, so daß
gewünschte enge Bandbreiten der auf das aukusto-
optisch abstimmbare Filter einfallenden Strahlung
30 selektiert werden, d a d u r c h g e k e n n -

ERSATZBLATT

- z i c h n e t , daß die Strahlung mit der selektierten Bandbreite einen ersten und einen zweiten Strahl bildet, die voneinander in der Richtung abweichen sowie einen Strahl außerhalb der engen Bandbreite, und Vorrichtungen vorgesehen sind, um den ersten selektierten Strahl auf eine Probe zu richten, sowie zum Empfang des ersten abgestimmten Strahls, nachdem er der Probe ausgesetzt war, und
- eine zweite Empfangsvorrichtung zum Empfang des zweiten Strahls vorgesehen ist, um ihn als Referenz zu verwenden, sowie eine Vorrichtung, um den zweiten abgestimmten Strahl auf den zweiten Empfänger zu lenken, und Vorrichtungen zur Analyse der von dem ersten und zweiten Empfänger ermittelten Signale vorgesehen sind.
3. Spektrometer nach Anspruch 2, d a -
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die Vorrichtung zur Kollimation der Strahlen eine Kollimatorlinse enthält, wobei insbesondere die selektierten Strahlen nach Anregung des akustooptisch abstimmbaren Filters eine Winkelabweichung aufweisen, und die Kollimatorlinse einen Öffnungswinkel aufweist, der weniger als die Hälfte der Winkelabweichung ist, und vorzugsweise zwischen der Strahlenquelle und der Kollimatorlinse ein Kondensor zur Sammlung der Strahlen aus der Strahlenquelle angeordnet ist.
4. Spektrometer nach Anspruch 3, d a -
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß es eine Kondensorvorrichtung aufweist, die vorzugsweise aus einem Paar plankonvexer Linsen

und einer ersten Blende besteht, wobei die Linsen die Strahlung auf die erste Blende fokussieren, so daß die Blende den Winkel der auf die Kollimatorlinse fallenden Strahlung bestimmt.

- 5 5. Spektrometer nach Anspruch 3 oder 4, da -
durch gekennzeichnet, daß eine
erste Blende zwischen der Strahlungsquelle und der
Kollimatorlinse angeordnet ist, um die
Winkelöffnung der auf die Kollimatorlinse
10 einfallende Strahlung zu bestimmen, und/oder eine
zweite Öffnung zwischen der Kollimatorlinse und
dem akusto-optisch abstimmbaren Filter angeordnet
ist, um den Querschnitt des Strahls zu bestimmen,
der auf das akusto-optisch abstimmbare Filter
15 fällt, wobei der Querschnitt des auf den akusto-
optisch abstimmbaren Filter einfallenden Strahls
vorzugsweise geringfügig kleiner ist als die Größe
des akusto-optisch abstimmbaren Filters.
- 20 6. Spektrometer nach Anspruch 3, 4 oder 5, da -
durch gekennzeichnet, daß es
eine Scheibe mit Blenden für den ersten und
zweiten selektierten Strahl aufweist, wobei die
erste Blende zum Empfang des ersten selektierten
Strahls und die zweite Blende zum Empfang des
25 zweiten selektierten Strahls vorgesehen ist, und
die Scheibe außerdem einen zentralen Bereich
aufweist, um die nicht selektierte Strahlung
abzuschatten und vorzugsweise ein achromatisches
Linsensystem zur Sammlung der aus dem akusto-
30 optisch abstimmbaren Kristall austretenden
Strahlung aufweist, und zum Fokussieren des ersten
selektierten Strahls auf die Blende des ersten

5 Strahls, zur Fokussierung des zweiten selektierten Strahls auf die Blende des zweiten abgeschirmten Strahls sowie zur Fokussierung des nicht abgestimmten Strahls auf den zentralen Bereich, der hinter dem Filter gelegenen Scheibe, wobei das achromatische Linsensystem insbesondere eine achromatische Objektivlinse und ein aplanare Meniskuslinse aufweist.

7. Spektrometer nach Anspruch 6, d a -
10 d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die Vorrichtung zur Weiterleitung des ersten und zweiten selektierten Strahls optische Leiter und das Spektrometer außerdem ein erstes und zweites
15 Kondensorsystem aufweist, um den ersten und zweiten selektierten Strahl zu sammeln, der von der ersten und zweiten Blende empfangen wird, und auf den ersten und zweiten optischen Leiter zu fokussieren, sowie vorzugsweise ein Kabel
20 vorgesehen ist, um den ersten und zweiten optischen Leiter aufzunehmen, wobei die Vorrichtung, um den Strahl auf die Probe zu lenken, insbesondere eine Lichtleitfaser ist.
8. Spektrometer nach Anspruch 3, d a -
25 d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß es eine Probenzelle zur Aufnahme der Probe aufweist, wobei die Probenzelle vorzugsweise einen Probenanalysenbereich und eine Glaskugel aufweist, um den ersten selektierten Strahl auf die Probenanaylsefläche zu richten und/oder eine
30 Glaskugel zur Fokussierung der von der Probe kommenden Strahlen sowie Mittel zu deren Sammlung aufweist, wobei die Mittel zur Sammlung

vorzugsweise optische Leiter sind.

9. Spektrometer nach Anspruch 8, d a -
d u r c h g k e n n z e i c h n e t , daß die
Probenzelle entfernt vom System angeordnet ist
5 und/oder einen Leckagesensor und/oder einen
Temperatursensor aufweist und/oder zur Analyse
feststehender oder fließender Proben ausgebildet
ist.
-
10. Spektrometer nach Anspruch 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8
10 oder 9, d a d u r c h g e k e n n z e i c h -
n e t , daß es eine Probenzelle zur Aufnahme der
zu analysierenden Proben aufweist, wobei der
selktierte Strahl mittels optischer Leiter auf die
Probe gerichtet wird, und außerdem ein dritter
15 optischer Leiter vorgesehen ist, um den ersten
selektierten Strahl von der Probenzelle zu einem
ersten Detektor zu leiten, wobei der erste und
zweite Detektor vorzugsweise Indium-Gallium-
Arsenid oder Germanium und/oder außerdem Silizium
20 aufweist.
11. Spektrometer nach Anspruch 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8,
9 oder 10, d a d u r c h g e k e n n z e i c h -
n e t , daß die Vorrichtung zur Ansteuerung des
akusto-optisch abstimmbaren Filters eine Steuerung
25 und in Kontak mit dem aukustisch optisch
abstimmbaren Filter einen Wandler aufweist, der
Wandler von der Steuerung gespeist wird, wobei die
Steuerung insbesondere einen Mikroprozessor
enthält, um ein Signal zu erzeugen, das der
30 gewünschten Ansteuerfrequenz des akusto-optisch
abgstimmbaren Filters entspricht, und einen

WO 91/14157

PCT/EP91/00413

42

Hochfrequenzsynthetisierer, um das Signal in eine
Frequenz zur Ansteuerung des Wandlers umzusetzen.

ERSATZBLATT

12. Spektrometer nach Anspruch 11, d a -
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß der
Hochfrequenzsynthetisierer einen
Niederfrequenzsynthetisierer und in
5 phasengekoppelten Schaltkreis zur Erzeugung der
Frequenz aufweist, die zur Ansteuerung des
Wabdlers erforderlich ist.
-
13. ~~Spektrometer nach Anspruch 11 oder 12, d a -
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß der
10 Mikroprozessor Temperaturabweichungen des akusto-
optisch abstimmbaren Filters berücksichtigt, indem
er ein Differenzsignal erzeugt, um das akusto-
optisch abstimmbare Filter mit der erforderlichen
Frequenz anzusteuern.~~
14. Spektrometer nach Anspruch 11, 12 oder 13, d a -
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß der
Mikroprozessor Messungen mittelt, um akustische
Resonanzen zu korrigieren, wobei vorzugsweise die
Messungen mit gleichen Inkrementen der akustischen
20 Resonanzwellenlänge oberhalb und unterhalb der
gewünschten Frequenz durch geführt werden.
15. Spektrometer nach Anspruch 14, d a -
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß das
Wellenlängeninkrement $\frac{1}{4}$ beträgt.
16. Spektrometer nach Anspruch 14, d a -
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß eine
der Messungen bei der gewünschten Frequenz erfolgt
und die andere die Hälfte des akustischen
Wellenlängeninkrements oberhalb der gewünschten
25 Frequenz beträgt.
- 30

17. Spektrometer nach Anspruch 11, 12, 13, 14, 15 oder
16, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t ,
daß der Mikroprozessor das Signal der Empfänger
mißt, bevor eine Ansteuerungsfrequenz erzeugt
5 wird, wobei die Messungen zur Korrektur
aufeinanderfolgender Proben- und Referenzmessungen
benutzt werden.

18. Verfahren zur spektroskopischen Analyse flüssiger
Proben, g e k e n n z e i c h n e t
10 d u r c h die Aussendung infraroter Strahlung,
Sammlung der Strahlung, Einleiten der Strahlung in
ein doppelbrechendes akusto-optisch abstimmbares
Filter, Ansteuerung des akusto-optisch
abstimmbaren Filters mit einer gewünschten
15 Frequenz, um eine spezielle enge Bandbreite der
Strahlung zu selektieren, indem ein erster und
zweiter Strahl unterschiedlicher Richtung erzeugt
wird,
Trennung des ersten und zweiten selektierten
20 Strahls voneinander und von nicht-selektierter
Strahlung,
Bündelung des ersten und zweiten selektierten
Strahls getrennt voneinander, Leiten des ersten
selektierten Strahls auf eine Probe, Sammlung der
25 von der Probe kommenden Strahlung, Empfang der
gesammelten Strahlung, Empfang des zweiten
selektierten Strahls und Bestimmung der Extinktion
der Probe für die Wellenlänge in Abhängigkeit von
dem Wert der empfangenen gesammelten Strahlung und
30 des empfangenen zweiten selektierten Strahls.

19. Flüssigkeitsprobenzelle zur spektroskopischen
Analyse von Fluiden, d a d u r c h g e k e n n -

- z e i c h n e t , daß die Probenzelle einen Probenanalysenbereich, Zuflüsse und Abflüsse für das Produkt in und aus dem Analysenbereich, sowie ein Paar von im wesentlichen parallelen, transparenten Fenstern aufweist, die die gegenüberliegenden Seiten des Analysenbereichs bilden, so daß die Strahlung durch das erste der Fenster in den Analysenbereich eintreten kann, und
5. wobei von der Probe übertragene und gestreute Strahlung aus dem Analysenbereich durch ein zweites Fenster austritt, und Mittel vorgesehen sind, um Strahlung zur Analyse einer Probe in dem Probenanalysenbereich zu leiten, sowie eine erste Glaskugel zwischen dem
- 10 Probenanalysenbereich und den Mitteln, insbesondere ein erster optischer Leiter, zum Einkoppeln der Strahlung angeordnet ist, um die Strahlung zu sammeln bevor sie in den Analysenbereich durch das erste Fenster eintritt, und
- 15 Mittel, vorzugsweise ein zweiter optischer Leiter, vorgesehen sind zur Sammlung der Strahlung, die aus dem Analysenbereich austritt, sowie eine zweite Glaskugel vorgesehen ist, um die aus dem Analysenbereich austretende Strahlung auf die
- 20 Mittel zur Sammlung zu fokussieren.
- 25
20. Flüssigkeitsprobenzelle nach Anspruch 19, d a - d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß sie zwei voneinander trennbare, den Analysenbereich freilegende Gehäusehälften und/oder Mittel zur
- 30 Erkennung von Leckagen und/oder einen Sensor zur Ermittlung der Probertemperatur aufweist und/oder für eine vom Spektrometersystem entfernte

Anbringung ausgebildet ist.

21. Flüssigkeitsprobenzelle nach Anspruch 19 oder 20,
dadurch gekennzeichnet, daß
die Probe in den Proben- und Analysenbereich
kontinuierlich oder in diskreten Mengen einfließt.

22. Flüssigkeitsprobenzelle zur spektroskopischen
Analyse von fluiden Proben, dadurch gekennzeichnet, daß sie einen
Probenanalysenbereich,
Mitteln zum Zuführen von Strahlung für die Analyse
einer Probe in dem Probenanalysenbereich,
Zu- und Abflüsse für die Probe von und zum
Probenanalysenbereich,
Vorrichtungen zum Sammeln der von der Probe
kommenden Strahlung, und
mindestens eine Glaskugel aufweist, um die
Strahlung in den Analysenbereich zu richten und um
die Strahlung auf die Mittel zum Sammeln der
Strahlung zu fokussieren.

ERSATZBLATT

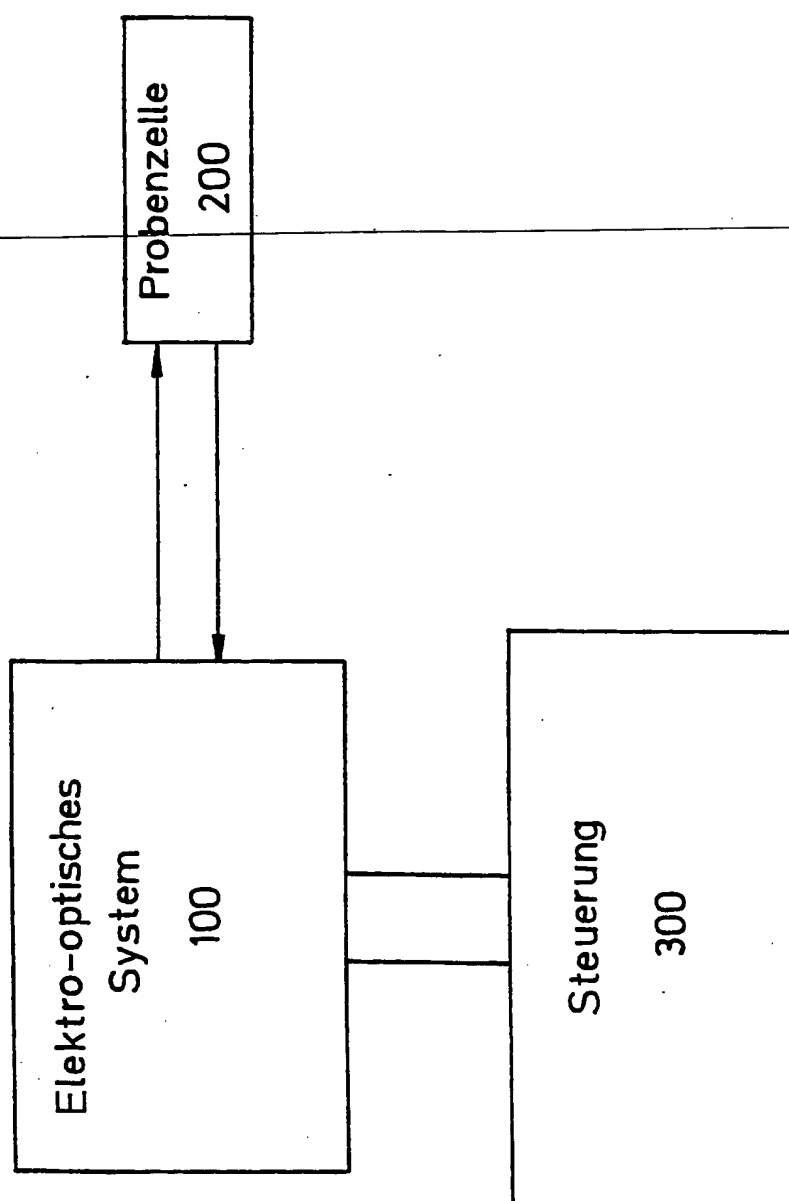


Fig. 1

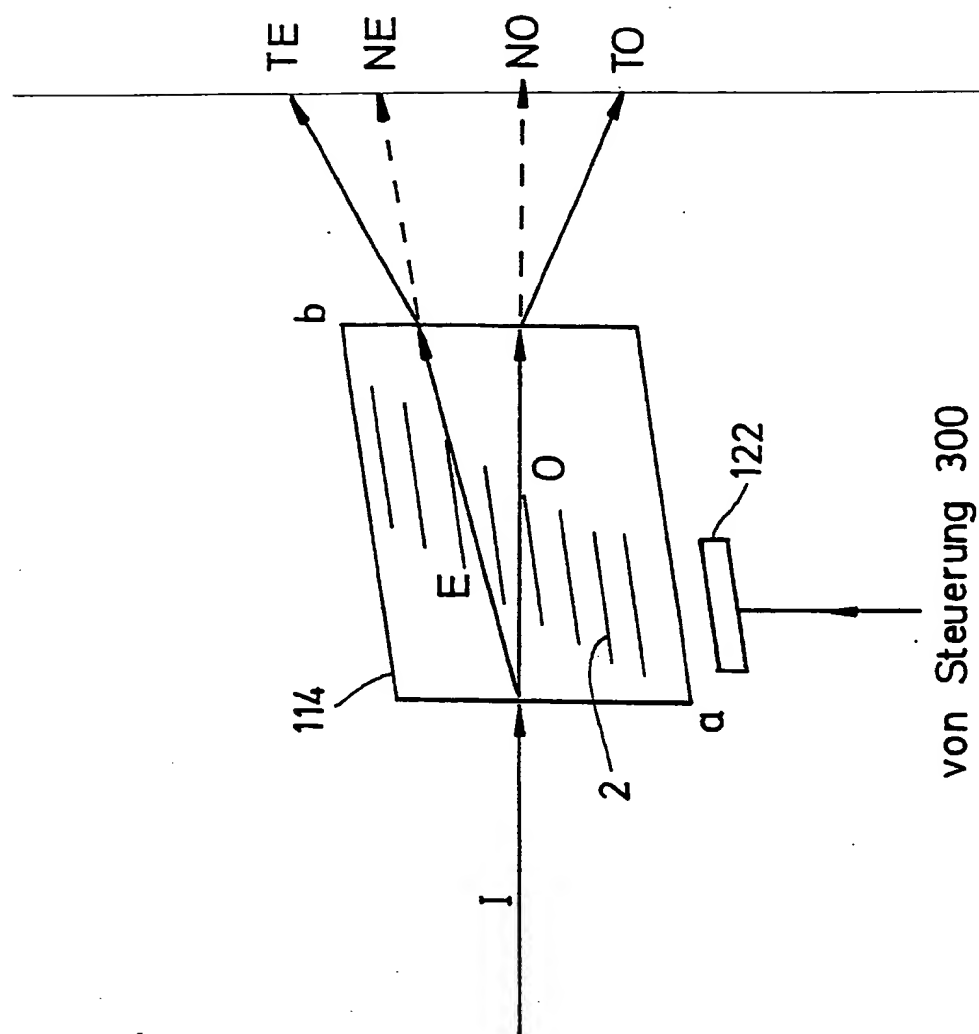


Fig. 2

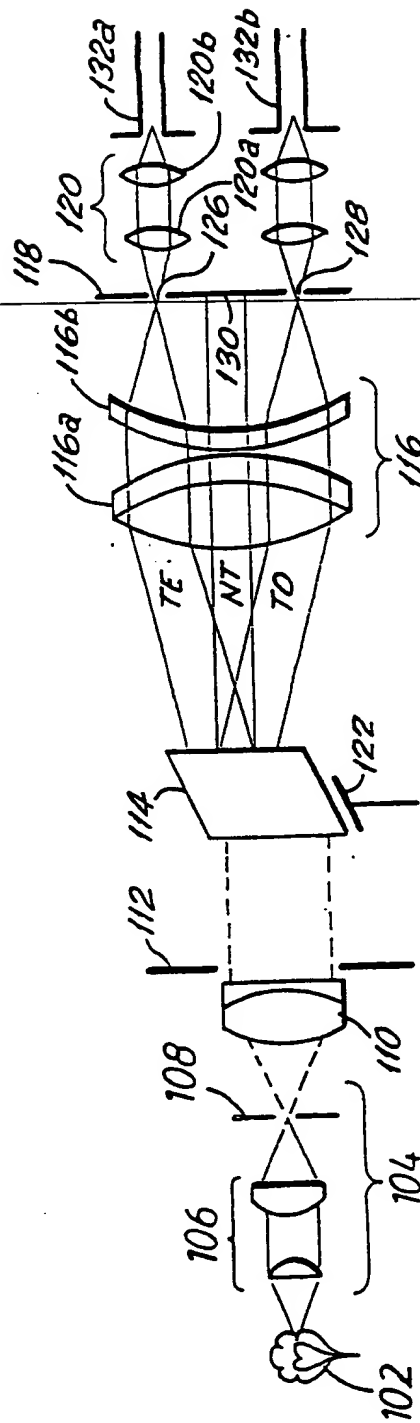


Fig. 3

4/16

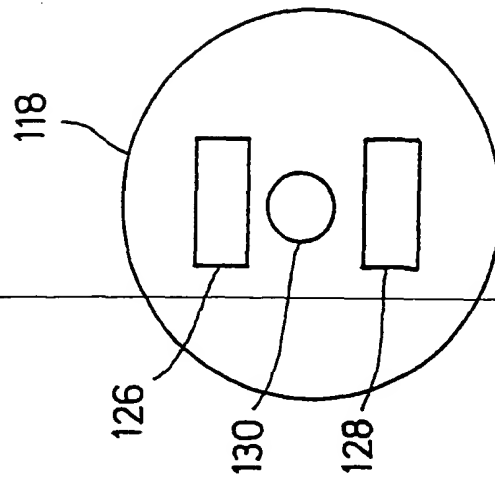


Fig. 3c

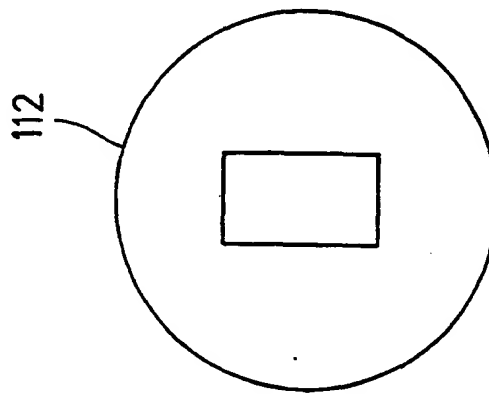


Fig. 3b

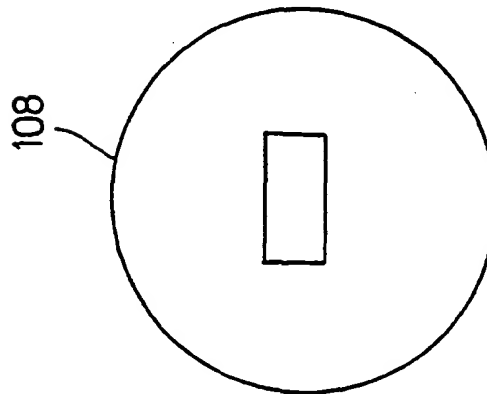


Fig. 3a

ERSATZBLATT

5/16

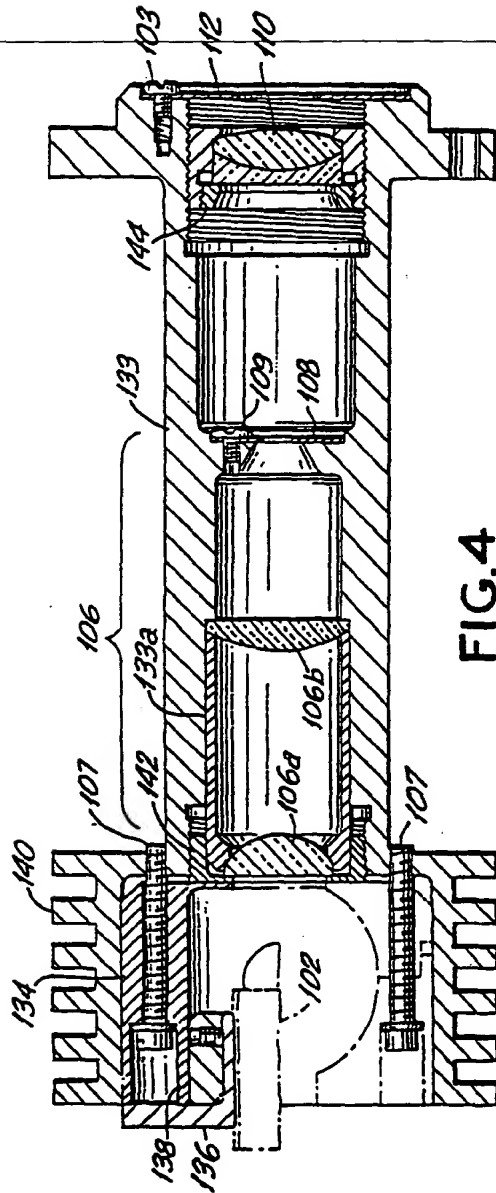


FIG. 4

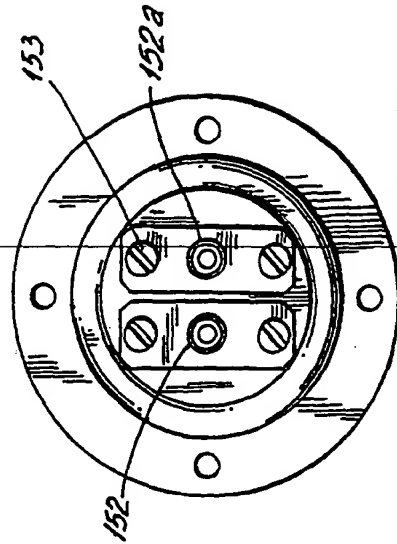


FIG. 5a

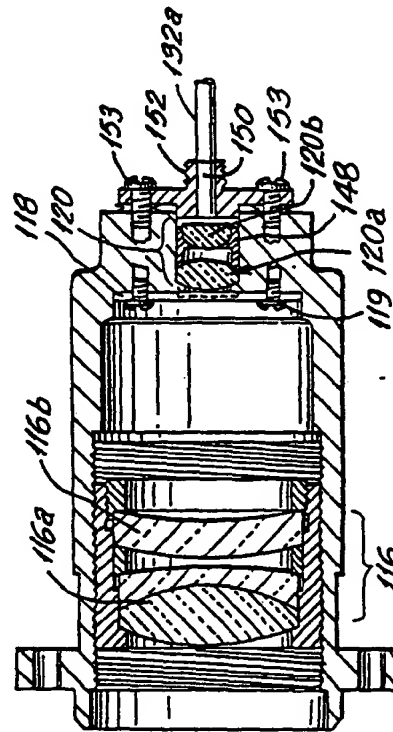


FIG. 5

ERSATZBLATT

6/16

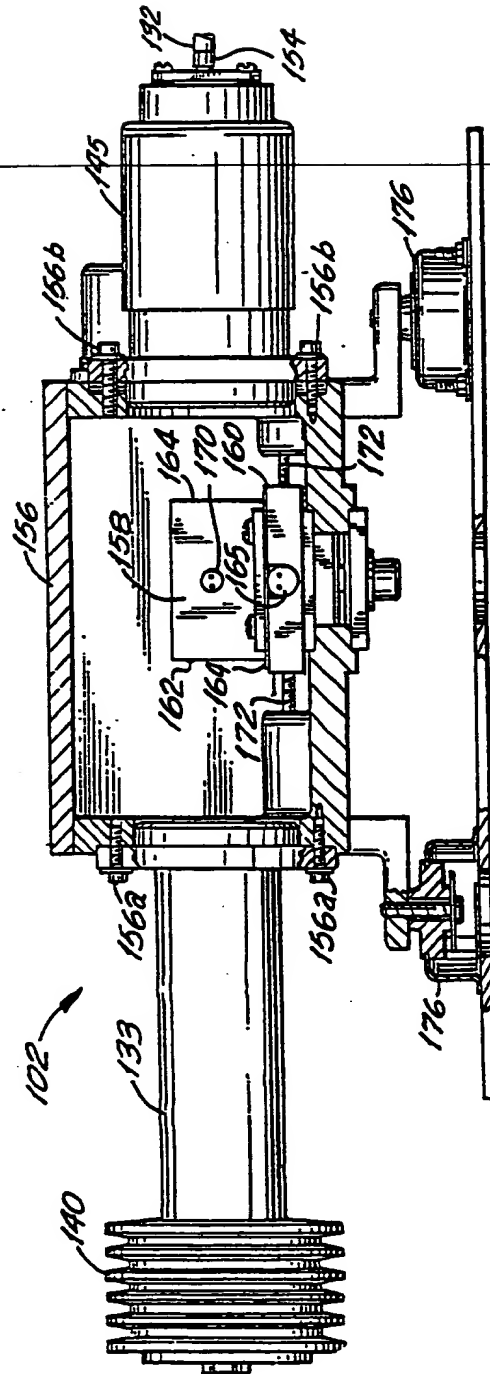


FIG. 6

ERSATZBLATT

7/16

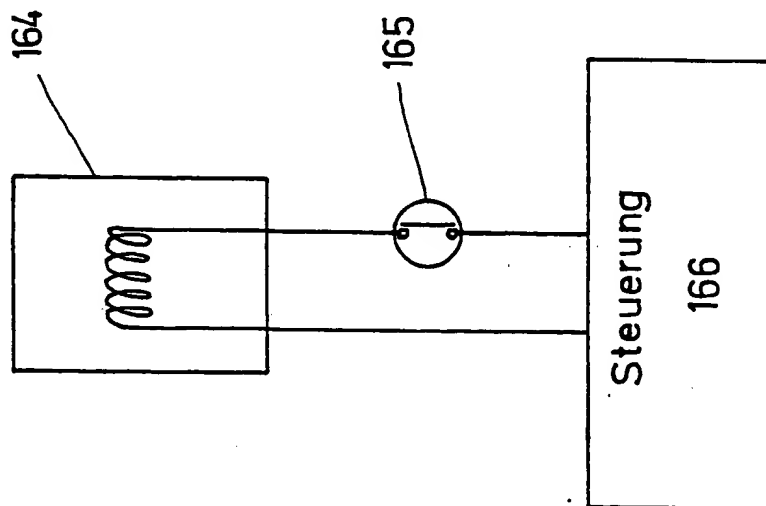


Fig. 6a

ERSATZBLATT

8/16

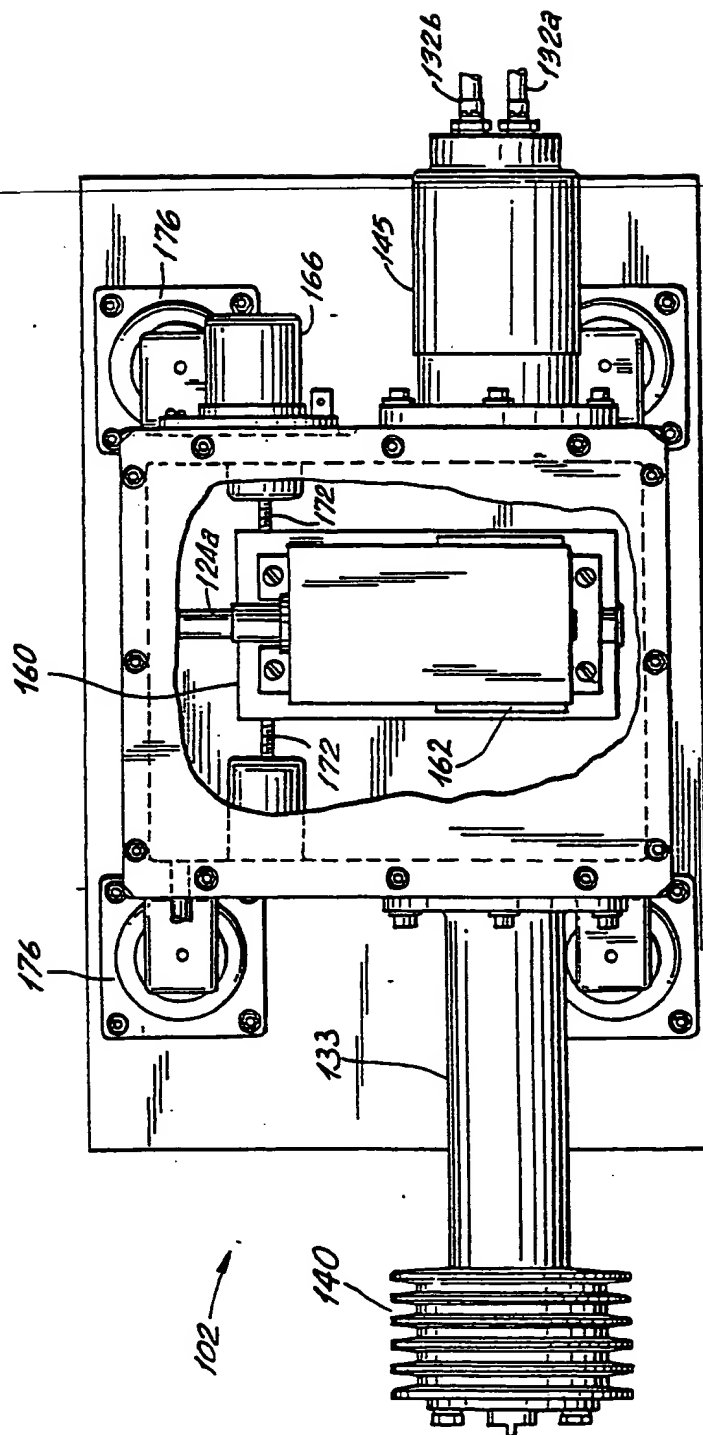


FIG.6b

ERSATZBLATT

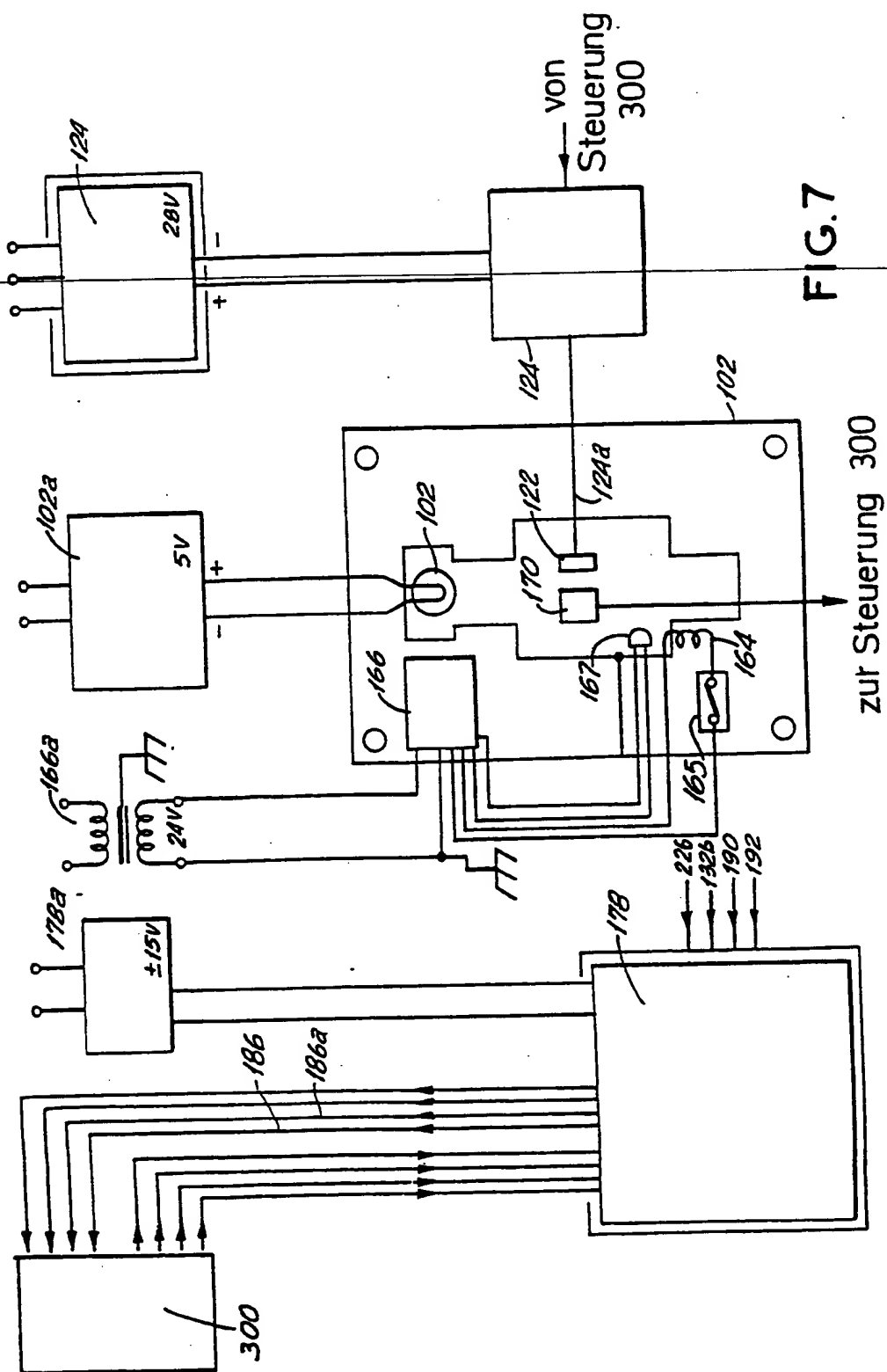


FIG. 7

ERSATZBLATT

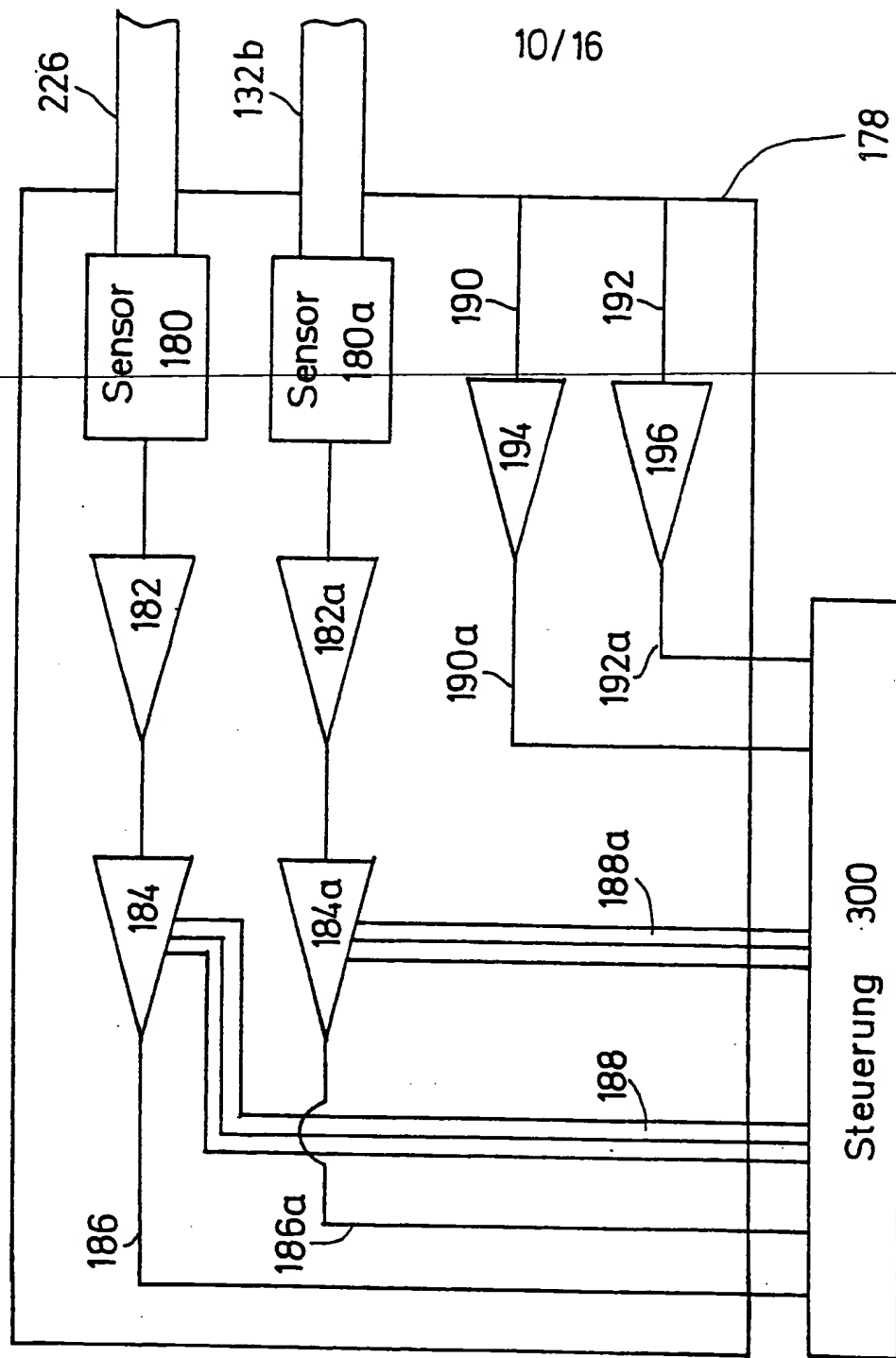
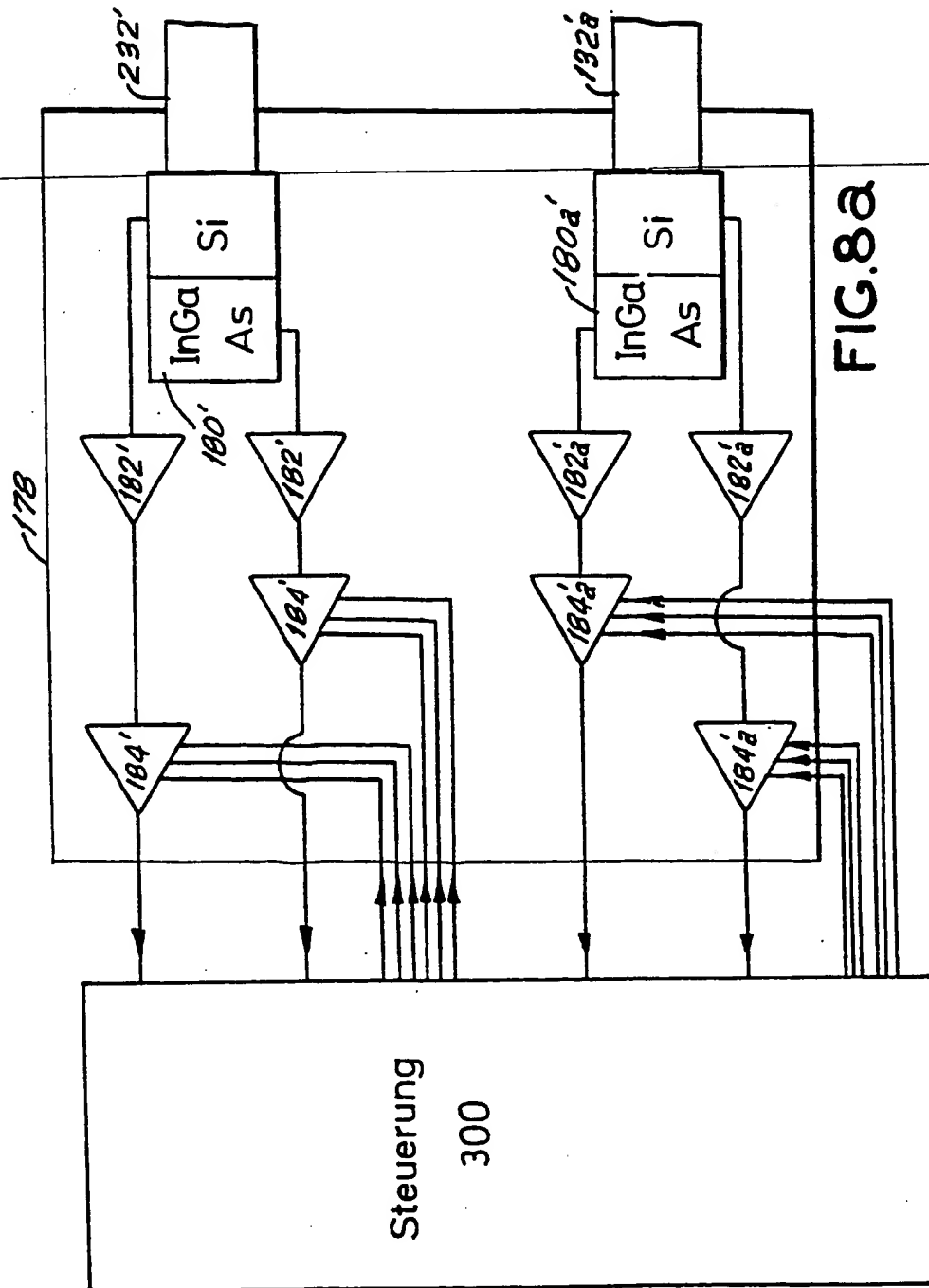


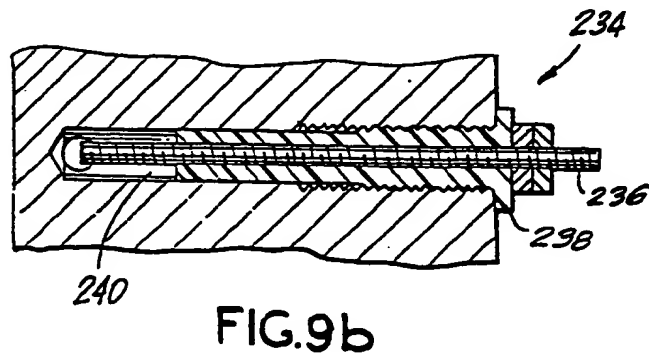
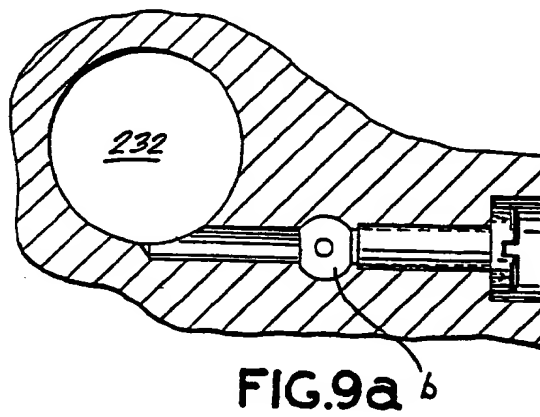
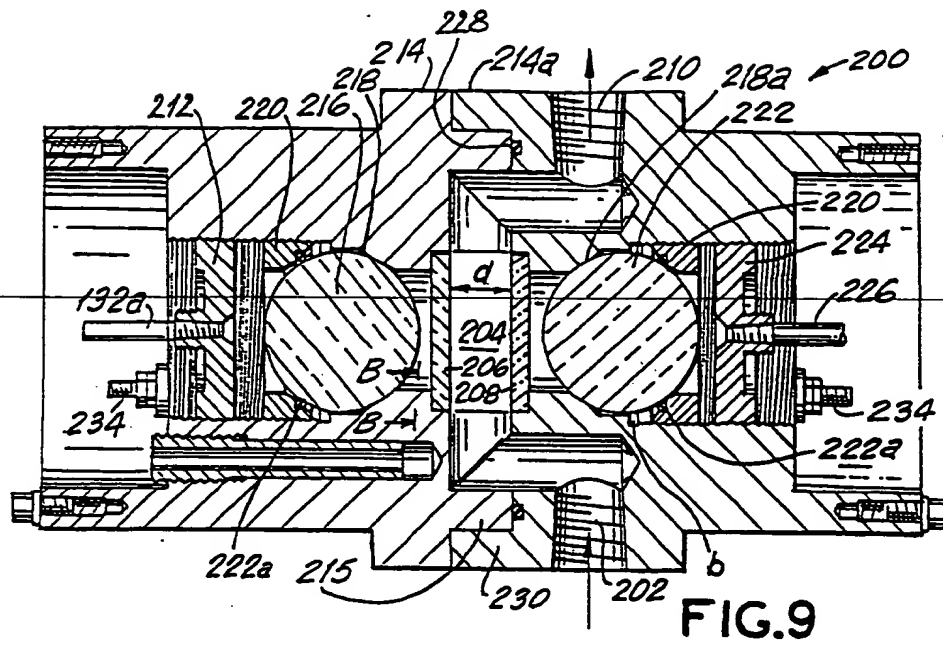
Fig. 8

11/16



ERSATZBLATT

12/16



ERSATZBLATT

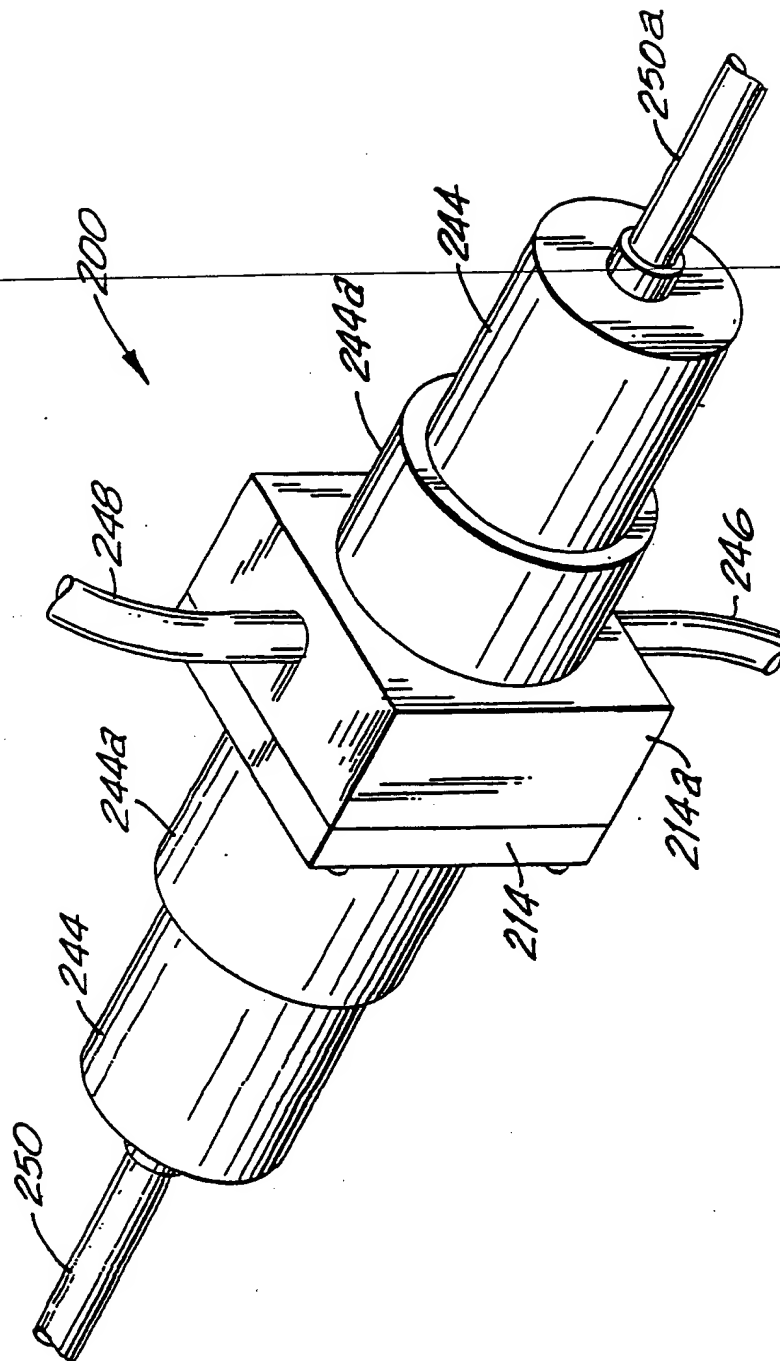


FIG. 10

14/16

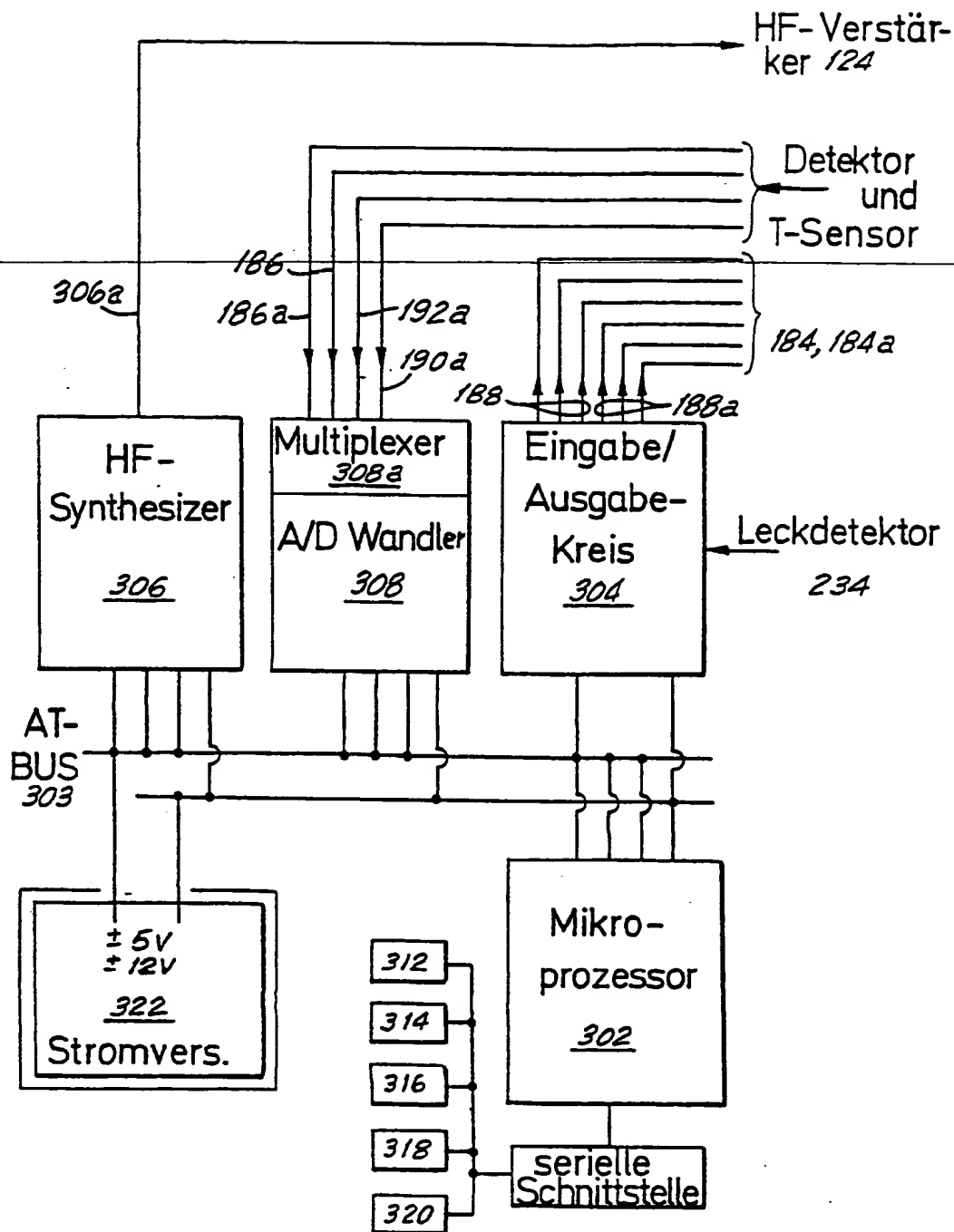


FIG.II

ERSATZBLATT

15/16

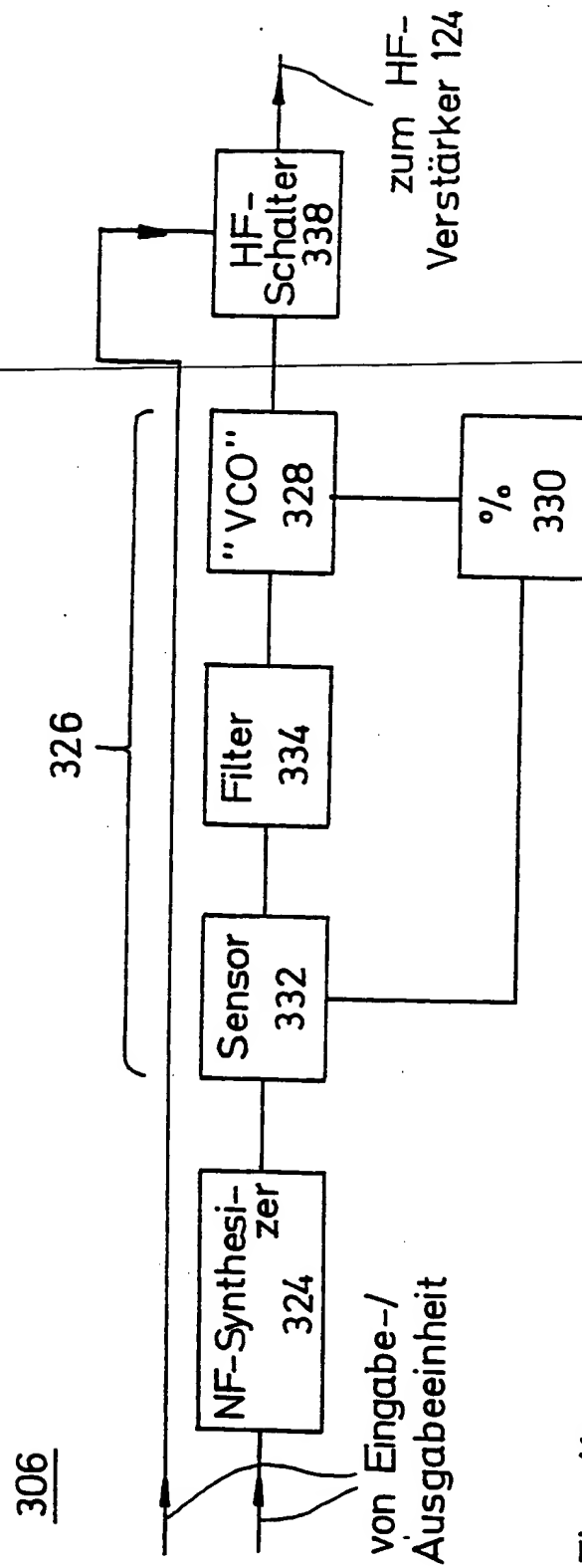


Fig. 11a

ERSATZBLATT

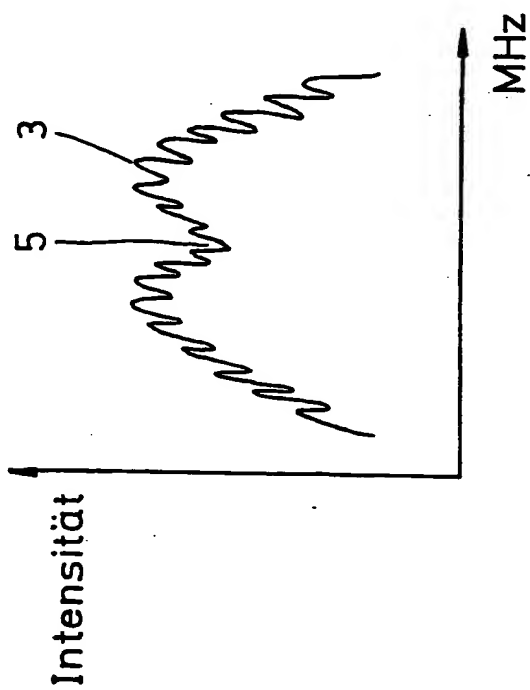
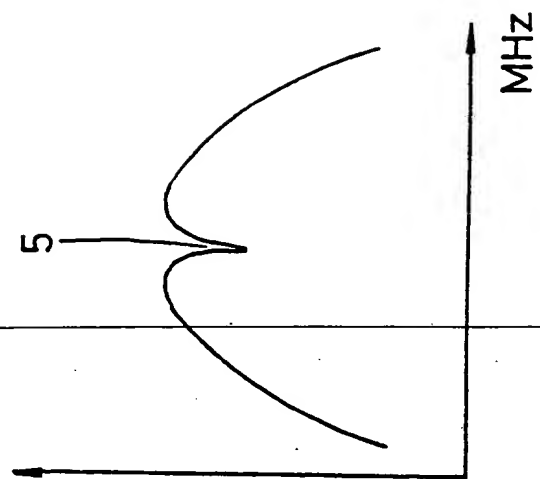


Fig. 12a

Fig. 12